

Estudo da influência do tratamento químico na fibra de sisal para utilização em compostos poliméricos

Sarah Nascimento Indá ¹; 0009-0005-6252-1658
Bruno Targino de Oliveira ¹; 0000-0001-9529-8548
Renata Martins Parreira ¹; 0000-0002-9964-7466

1 – UniFOA, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda, RJ.
sarahnascimento233@gmail.com

Resumo: O uso de fibras vegetais em compósitos poliméricos tem sido explorado como alternativa sustentável às fibras sintéticas. Neste trabalho, avaliou-se o efeito do tratamento alcalino com hidróxido de alumínio ($\text{Al}(\text{OH})_3$ 10% m/v) na fibra de sisal, com foco no índice de cristalinidade e no percentual de umidade absorvida. O tratamento foi conduzido em condições controladas de temperatura e pH, seguido de análises de difração de raios X (DRX) e determinação de umidade por balança de infravermelho. Os resultados indicaram aumento no índice de cristalinidade da fibra tratada (78,92%) em comparação com a fibra in natura (72,16%), sugerindo maior exposição das regiões celulósicas cristalinas. Quanto à umidade, a fibra tratada apresentou média de 9,26%, valor levemente superior ao da fibra in natura (8,52%), indicando maior afinidade com a água. Conclui-se que o tratamento alcalino foi eficiente na modificação estrutural da fibra, embora sua aplicação em compósitos deva considerar a tendência ao aumento da absorção de umidade, que pode comprometer a adesão interfacial com a matriz polimérica.

Palavras-chave Fibra de sisal. Compósitos. Tratamento alcalino. Cristalinidade. Umidade.

INTRODUÇÃO

O uso de recursos vegetais destaca-se por ser uma fonte de baixo custo, renovável, reciclável e biodegradável. Estudos indicam que diversas fibras naturais podem substituir parcial ou totalmente as fibras sintéticas em materiais compósitos. A produção de compósitos poliméricos consiste numa alternativa de grande importância tecnológica, ao combinar-se dois ou mais materiais diferentes. Entre essas fibras, destaca-se o curauá, que apresenta resistência até dez vezes superior ao da fibra de vidro, tornando-se uma alternativa viável para aplicações, como o revestimento interno de automóveis (Kotik, 2019). As fibras de origem vegetal podem ser classificadas de acordo com sua origem, como sementes, caules, frutos, raízes ou fibras das folhas. Um exemplo é a fibra de sisal, que será abordada no presente trabalho. As fibras provenientes dos caules ou folhas, também conhecidas como fibras duras ou estruturais, são amplamente utilizadas como reforço em

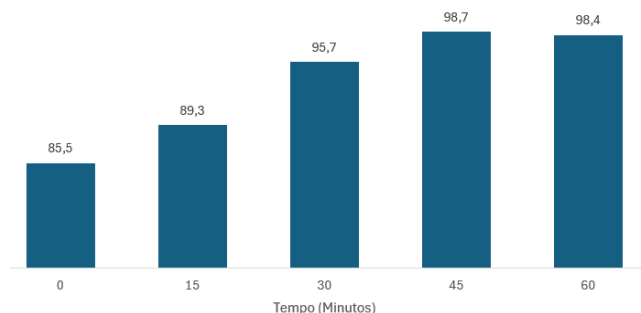
matrizes poliméricas (Silva, 2003). Entretanto, o uso de fibras naturais em compósitos poliméricos vem se tornando um grande desafio em razão de suas limitações, como a baixa molhabilidade e à fraca interação interfacial entre as fibras e a matriz polimérica. Uma consequência da incompatibilidade entre a natureza hidrofílica das fibras celulósicas (Li, 2000). O desempenho mecânico dos compósitos depende fortemente da eficiência de compatibilização entre o reforço e a matriz (Martins, 2003). A região interfacial exerce papel essencial nesse processo, uma vez que é responsável pela transferência das tensões da matriz para o reforço. Quando a adesão entre as fases é deficiente, há maior propensão à nucleação de falhas, o que compromete todo o composito (Martins, 2003). Com o intuito de superar essas limitações, tratamentos vêm sendo aplicados para modificar as fibras, buscando aprimorar a interação na interface fibra-matriz (Martins, 2003). Sendo assim, o objetivo do presente trabalho foi avaliar o tratamento alcalino na fibra de sisal, utilizando o hidróxido de alumínio, frente a cristalinidade e percentual de umidade absorvida *in natura* e após o tratamento.

MÉTODOS

As fibras de sisal foram tratadas com solução alcalina a 10% (m/v) para melhorar a adesão fibra-matriz, removendo impurezas e extraindo parcialmente hemicelulose e lignina, aumentando a exposição da celulose e as ligações de hidroxilas. O tratamento pode melhorar propriedades como área superficial, densidade, módulo de elasticidade, tensão máxima e estabilidade térmica, além de reduzir a absorção de água com hidróxido de alumínio. O procedimento seguiu protocolo adaptado de Silva et al. (2000), envolvendo lavagem, aquecimento a 85,5 °C, mercerização e secagem em estufa com renovação de ar. A fibra de sisal foi adicionada a água quente durante 1 hora, sendo realizadas medições de temperatura a cada 15 minutos, conforme demonstrado no Gráfico 1 abaixo. Após a etapa de preparação e lavagem da fibra foi realizada a manipulação da solução alcalina. A solução alcalina foi preparada com 10% de massa em relação ao volume. Em seguida foi colocada a fibra já lavada em recipiente plástico para ficar em mercerização na solução alcalina pelo período de 1 hora com agitação manual. A última etapa do tratamento químico foi composta pelos processos de retirada da solução alcalina, através da lavagem da fibra em água destilada, repetida até a obtenção do pH 7.



Gráfico 1 - Medição de temperatura (°C) processo de Lavagem da Fibra Sisal



Fonte: (Próprio autor,2025)

Em seguida foi colocada a fibra para secagem em forno com renovação de ar a uma temperatura de 100° C por um período de 3 horas. Para determinar o índice de cristalinidade foi utilizado a técnica de difração de raios-x (DRX). O ensaio foi realizado no laboratório do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA), através do difratômetro Universal de raios -x do fabricante (Shimadzu) modelo XRD 6100 com tensão de 40 kV, corrente de 30 mA e λ (CuKa) = 1,5406 Å. A análise foi realizada para as amostras da fibra de sisal, in natura e com hidróxido de alumínio 10% m/v. Para realizar o ensaio as amostras foram cortadas de forma manual em pequenas partes ficando bem próxima do formato de pó. Para determinar o índice de cristalinidade da fibra de sisal, foi utilizado o método de Segal, conforme mencionado por (Silva, 2000). Tal método se baseia na comparação pela relação entre a intensidade máxima e mínima dos picos de difração das regiões cristalinas e amorfas, apresentado na Equação (1).

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

Sendo:

I_{cr} = Índice de cristalinidade.

I_{max} = Intensidade máxima (2θ).

I_{min} = Intensidade mínima (2θ).

O conhecimento da porcentagem de umidade das fibras vegetais para a produção de compósitos com matriz de PU faz-se necessário pois o isocianato é um componente que reage com a água podendo interferir na interação fibra/matriz. O ensaio para determinar o percentual de umidade da fibra de sisal, foi realizado nas dependências do laboratório químico da empresa Grupo Petrópolis, utilizando uma balança de infravermelho modelo



HE53 (Mettler Toledo), Figura 1. O ensaio foi realizado utilizando três amostras com massa de 1 grama para a fibra in natura e com o tratamento por $\text{Al}(\text{OH})_3$. O procedimento é feito através da medição do peso da fibra antes e após a secagem em infravermelho para determinar o percentual de umidade em cada amostra.

Figura 1- Ensaio de umidade, utilizando balança de infravermelho



Fonte: (Próprio autor, 2025)

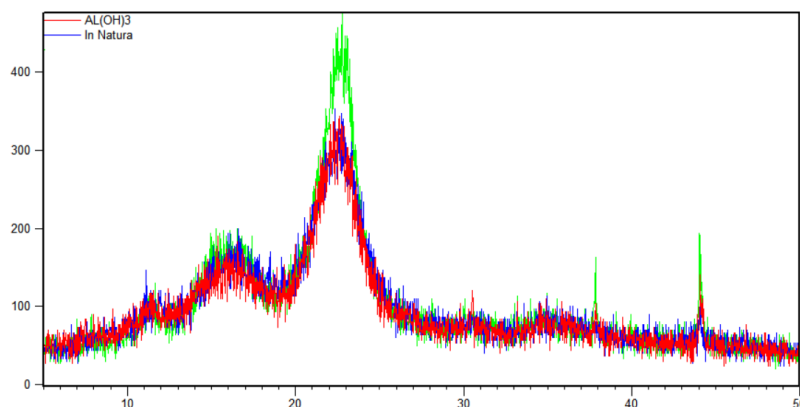
O procedimento é feito através da medição do peso da fibra antes e após a secagem em infravermelho para determinar o percentual de umidade em cada amostra.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A determinação do índice de cristalinidade foi realizada por meio de análise de difração de raios X (DRX) realizadas nas amostras de sisal in natura e com os tratamentos de $\text{Al}(\text{OH})_3$, conforme os difratogramas apresentados na Figura 2, observa-se que os espectros são compatíveis com a estrutura da celulose tipo I, também denominada celulose nativa mencionado por (Almeida, 2009) no qual os picos geralmente acontecem na faixa de 15° a 25° (2θ), o que indica a presença de regiões cristalinas da celulose. Os difratogramas obtidos para as fibras in natura e tratada não evidenciam uma alteração da estrutura celulósica da fibra, ou seja, podemos concluir que a fibra ficou preservada após o tratamento alcalino. No difratograma, o primeiro pico observado próximo aos ângulos 15° - 17° de Bragg (2θ), característico das fibras naturais, devido à presença da lignina e hemicelulose, o que corresponde ao plano atômico (101) (Mochnacz, 2003). O segundo pico é identificado entre os ângulos 21° - 22° de Bragg (2θ), equivalente ao plano atômico (002), oriundo da presença de celulose na fibra (Lima et al., 2020). Foi utilizado o software X'Pert HighScore Plus para plotar o difratograma e identificar a intensidades máximas da região cristalina e a intensidade mínima do halo amorfo. Após identificação foi aplicado a equação de Segal para calcular o índice de cristalinidade das amostras, conforme exposto no Quadro 1.



Figura 2: Fibra de sisal in natura e com tratamento alcalino



Fonte: (Próprio autor, 2025)

Ensaio realizado por (Mochacz, 2003), com a fibra de sisal sem tratamento encontrou um percentual de cristalinidade de 72,2%, valor este muito próximo ao encontrado nas amostras ensaiadas.

Quadro 1 - Percentual de cristalinidade

Amostra	Icr (%)
Sisal in natura	72,16%
Sisal Al(OH) ₃ 10%	78,92%

Fonte: (Autor, 2025)

Os valores das intensidades máximas e mínimas expresso em counts que representa o número de fótons de raios X detectados durante a realização da caracterização de DRX estão expostos no Quadro 2.

Quadro 2 - Resultado intensidade máxima e mínima (Counts) fibra de sisal

Amostra	Intensidade Mínima	Intensidade Máxima
Sisal in natura	59	212
Sisal Al(OH) ₃ 10%	43	204

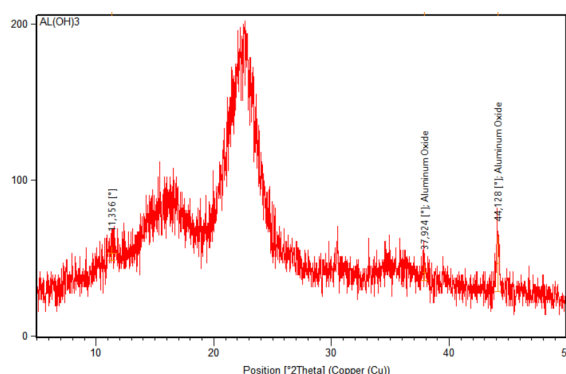
Fonte: (Autor, 2025)

A amostra tratada com Al(OH)₃ revelou a presença de Al₂O₃ conforme difratograma ilustrado pela Figura 3, algumas suposições podem explicar tal fato como: concentração alta de Al(OH)₃ 10% no tratamento pode facilitar a formação de Al₂O₃ devido à sua instabilidade térmica, principalmente durante a etapa de secagem da fibra, a exposição direta aos raios X (aquecimento indireto ou à energia dos raios X) na fibra com resíduo de Al(OH)₃ poderia ter



contribuído para a transformação de Al_2O_3 . A contaminação pelo porta amostra para os tratamentos é uma hipótese descartada visto que o difratograma da fibra *in natura* não apresenta picos próximos aos ângulos de 37° e 44° . Para validar a presença do Al_2O_3 o ensaio de EDS seria o mais recomendado. Os resultados obtidos através da caracterização de DRX, demonstra um aumento no índice de cristalinidade da fibra após o tratamento alcalino, o que pode indicar uma eficácia na remoção de hemicelulose, lignina e outras fases amorfas, consequentemente expondo a celulose o que potencializa as regiões cristalinas (Fernandes et al., 2009). O resultado do ensaio para obtenção do percentual de umidade da fibra *in natura* está apresentado no Quadro 3, cada amostra possui um percentual diferente de absorção de umidade, com um desvio padrão $\pm 0,998\%$ não é detectado uma estabilidade nos resultados.

Figura 3 - Difratograma fibra de sisal tratada com $Al(OH)_3$ 10%



Fonte: (Autor, 2025)

Diversos fatores como o clima, região de cultivo, temperatura entre outros pode variar nos resultados encontrados. O estudo realizado por (Neira, 2011) encontrou o percentual de umidade para fibra não tratada de $13,19 \pm 0,27\%$. A substância de $Al(OH)_3$ que foi utilizada no tratamento da fibra é uma base inorgânica que não é solúvel em água destilada.

Quadro 3 - Ensaio percentual de umidade fibra *in natura*

Amostra	Peso (g)	Tempo Ensaio	Percentual (%)
1	1	02:17	8,27 %
2	1	02:24	10,02 %
3	1	02:04	7,28 %

Fonte: (Autor, 2025)

Tal fato pode explicar a ineficiência do tratamento da fibra com $\text{Al}(\text{OH})_3$, de acordo com os dados apresentados no Quadro 4. Um comportamento semelhante ao visualizado na fibra in natura, obteve um desvio médio de $\pm 2,118\%$. O Quadro 5 reúne os valores médios obtidos em função dos diferentes tratamentos aplicados às fibras, bem como os valores de desvio médio de cada amostra em sua totalidade da mesma planta de origem.

Quadro 4 - Ensaio percentual de umidade fibra $\text{Al}(\text{OH})_3$ 10%

Amostra	Peso (g)	Tempo Ensaio	Percentual (%)
1	1	02:06	9,36 %
2	1	02:03	12,35 %
3	1	02:24	6,09 %

Fonte: (Autor, 2025)

Quadro 5 - Percentual de umidade médio da fibra de sisal

Amostras	Valor Médio (%)
In natura	8,523 \pm 0,998
$\text{Al}(\text{OH})_3$ 10%	9,267 \pm 2,118

Fonte: (Autor, 2025)

O tratamento químico das fibras influenciou diretamente seu desempenho estrutural. O teor de umidade das fibras também apresentou variação relevante: 9,26% para $\text{Al}(\text{OH})_3$ e 8,52% para a fibra sem tratamento. Esse aumento de umidade nas fibras tratadas indica uma maior afinidade com água, possivelmente decorrente da exposição de grupos hidroxila livres, o que pode afetar a interface fibra-matriz polimérica.

CONCLUSÕES

A análise do tratamento alcalino com hidróxido de alumínio evidenciou aumento no índice de cristalinidade da fibra de sisal, associado à remoção parcial de hemicelulose e lignina e à maior exposição da celulose cristalina. Esses resultados indicam potencial de melhoria no desempenho mecânico dos compósitos reforçados. Contudo, a maior absorção de umidade observada nas fibras tratadas aponta para a necessidade de avaliar a interface fibra/matriz em aplicações poliméricas. Assim, o tratamento mostrou-se eficiente para o aprimoramento estrutural do sisal, embora exija estudos complementares quanto à estabilidade hídrica.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao PIC/FOA, programa de mestrado em materiais, além do UNIFOA pelo suporte técnico e infraestrutura disponibilizada para a realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, É. V. R. de. *Valorização da celulose de sisal: uso na preparação de acetatos e de filmes de acetatos de celulose/celulose e quitosana/celulose.* 2009. 157 f. Tese (Doutorado em Ciência – Físico-Química) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

FERNANDES, R. I. M.; MULINARI, D. R.; CARVALHO, K. C. C.; CONEJO, L. S.; VOORWALD, H. J. C.; CIOFFI, M. O. H. Estudo da modificação química nas fibras provenientes da coroa do abacaxi. 2009. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de Guaratinguetá, 2009.

KOTIK, H. G. Fibras naturais e compósitos reforçados com fibras naturais: a motivação para sua pesquisa e desenvolvimento. *Revista Matéria*, v. 24, n. 3, p. 1-11, 2019.

LI, Y.; MAI, Y.; YE, L. Effects of fiber surface treatment on interfacial properties of sisal fiber-reinforced composites. *Composites Science and Technology*, v. 60, p. 2037-2055, 2000.

LIMA, J. P.; OLIVEIRA, M. C.; SANTOS, A. R. Characterization of cellulose fibers by X-ray diffraction analysis. *Journal of Natural Fibers*, v. 17, n. 3, p. 456-468, 2020.

MARTINS, M. A.; JOEKES, I. Fiber-matrix interactions and mechanical properties of sisal fiber-reinforced composites. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 89, p. 2507-2515, 2003.

MOCHNACZ, S. *Preparação e caracterização de fibras de sisal (Agave sisalana) para utilização em compósitos poliméricos.* 2003. 102 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2003.

NEIRA, D. S. M. *Desenvolvimento de um compósito de espuma rígida de poliuretano de mamona e fibras de sisal para isolamento térmica.* 2011. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2011.

SILVA, R. V. da. *Compósito de resina poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais.* 2003. 156 f. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

SILVA, R. V.; SILVESTRE FILHO, G. D.; SANTOS, N. C.; BOSE FILHO, W. W.; CARVALHO, J.; SPINELLI, D. Comportamento mecânico do compósito sisal/poliuretano derivado de óleo de mamona. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS**, 14., 2000, São Pedro. *Anais [...]*. São Pedro: CBECIMat, 2000.