

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPOSITOS POLIÉSTER/JUTA:  
EFEITOS DE TRATAMENTOS SUPERFICIAIS

WILTON WALTER BATISTA

CAMPINA GRANDE - PARAÍBA

DEZEMBRO - 1995

**Wilton Walter Batista**

**PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS POLIÉSTER/JUTA:  
EFEITOS DE TRATAMENTOS SUPERFICIAIS**

**Dissertação Apresentada ao Curso de  
Mestrado em Engenharia Química da  
Universidade Federal da Paraíba, em  
Cumprimento às Exigências para Obtenção  
do Grau de Mestre.**

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Tecnologia  
de Materiais Não-Metálicos**


**Orientadora: Prof.<sup>ª</sup> Dr.<sup>ª</sup> Laura Hecker de  
Carvalho  
UFPB/CCT/DEMa**


**Campina Grande - Paraíba**

**Dezembro - 1995**

Dissertação defendida e aprovada, em 20 de dezembro de 1995, pela banca examinadora constituída dos seguintes professores.

  
Prof.<sup>ª</sup>. Laura Hecker de Carvalho, Ph.D  
Orientadora

  
Prof.<sup>º</sup>. José Roberto Morais D'Almeida, Ph.D  
Examinador

  
Prof.<sup>º</sup>. Antônio Gouveia de Souza, Ph.D  
Examinador

Campina Grande - Paraíba  
Dezembro - 1995

## AGRADECIMENTOS

- À mim;
- À Professora Laura: pela orientação, revisão, sugestões e discussões durante o decorrer do trabalho, e também por participar comigo do agradável pânico de observar o tempo passar e não conseguir concluir a tese;
- Aos professores D'Almeida e Gouveia pela calma que foram obrigados a possuir, na expectativa de receber a tese em tempo para uma análise detalhada, o que não ocorreu;
- À Coordenação de Pós-Graduação em Engenharia Química, na pessoa do professor Kepler e das secretárias Maria José e Maricé;
- À minha turma de seleção do mestrado: Osvaldo, Cilene e Verônica pelos momentos de estudo e primeiras sensações de desespero coletivo, tão comum em todo o mestrado;
- Aos velhos e novos amigos: Chico, Djane, Delbinha, Lily, Paulinho Peralta, Itamar, Maurício, Diva, Carlos, Osvaldo, Nagel, Cilene, Kika, Miriam, Verônica, Luciana, Mérgia, Lígia e Vera, que constituíram minha família nesse período;
- Aos integrantes da ABIS - Associação dos Briteiros da Sexta: Carlos V, Maurício Barril de Carvalho, Osvaldo e Nagel Stressado, pelas conversas sempre inteligentes e instrutivas;
- Agradecimento especial: Chico, Djane, Nagel Stressado, Osvaldo e Paulinho Peralta;
- À CAPES pelo financiameto dessa pesquisa.

## **DEDICATÓRIA**

**À minha família.**

**Aos meus companheiros do mestrado.**

**Ao nosso amigo Cláudio Bezerrão (In Memorium).**

## SUMÁRIO

1.0 INTRODUÇÃO.....	1
2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA GERAL .....	4
2.1 INTRODUÇÃO.....	4
2.2 Compósitos .....	5
2.2.1 - DEFINIÇÃO.....	5
2.3 INTERFACE MATRIZ-FIBRA.....	8
2.3.1 Teorias de Adesão.....	10
a ) Teoria da Adsorção e Molhamento .....	10
b) Teoria da Interdifusão.....	12
c) Teoria da Atração Eletrostática .....	13
d ) Teoria da Ligação Química .....	14
e ) Teoria da Adesão Mecânica.....	15
g ) Teoria da Fronteira Fraca.....	16
2.4 A MATRIZ POLIÉSTER.....	16
2.4.1 Ácidos Saturados .....	17
2.4.2 Ácidos Insaturados.....	18
2.4.3 Glicóis.....	18
2.4.4 Monômeros .....	19
2.4.5 Processo de Cura .....	20
2.5 Processos de Fabricação de Compósitos.....	20
2.5.1 Hand Lay-up (Processo Manual).....	20

2.5.2 Spray-up (Disposição à Pistola).....	21
2.5.3 Filament Winding (Enrolamento).....	21
2.5.4 Moldagem à Vácuo.....	21
2.5.5 Pressure-bag (Moldagem sob Pressão).....	22
3.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA ESPECÍFICA.....	23
4.0 MATERIAIS E MÉTODOS.....	40
4.1 MATERIAIS.....	40
4.1.1 Fibras Naturais.....	40
4.1.1.1 Fibra de Juta.....	41
4.1.2 Poliéster.....	43
4.1.3 Uretano e Isocianato.....	44
4.1.4 Anidrido Maleico.....	46
4.1.5 Estireno.....	47
4.1.6 Poli(acetato de vinila).....	47
4.2 MÉTODOS.....	48
4.2.1 Preparação e Tratamentos Superficiais dos Tecidos de Juta.....	48
4.2.1.1 Tratamento das Fibras com Isocianato e Uretano.....	48
4.2.1.2 Tratamento com Anidrido Maleico.....	50
4.2.1.3 Tratamento com Poli(acetato de vinila) - PVAc.....	50
4.2.1.4 Pré-lavagem com Hidróxido de Sódio - ( NaOH ).....	51
4.2.1.5 Pré-lavagem com Detergente Neutro.....	51
4.2.2 Matrizes Mistas.....	52
4.2.3 Preparação dos Laminados.....	53
4.2.4 Preparação dos Corpos de Prova.....	54

4.2.5 Ensaíos Mecânicos .....	54
5.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	55
5.1 INTRODUÇÃO .....	55
5.2 EFEITO DO TEOR DE JUTA E DE TRATAMENTOS SUPERFICIAIS - UM ESTUDO PRELIMINAR .....	56
5.3 TIPO E TEOR DOS TRATAMENTOS SUPERFICIAIS NO TECIDO DE JUTA .....	59
5.3.1 Isocianato .....	60
5.3.1.1 Análise Fractográfica .....	63
5.3.2 Uretano .....	67
5.3.2.1 Análise Fractográfica .....	69
5.3.3 PVAc .....	73
5.3.3.1 Análise Fractográfica .....	75
5.3.4 Anidrido Maleico .....	77
5.3.4.1 Análise Fractográfica .....	79
5.4 PRÉ-LAVAGEM DOS TECIDOS DE JUTA .....	80
5.4.1 Introdução .....	80
5.4.2 Pré-lavagem com Detergente .....	81
5.4.3 Pré-lavagem com NaOH.....	83
5.5 TRATAMENTOS SUPERFICIAIS DOS TECIDOS DE JUTA PRÉ-LAVADA .....	86
5.5.1 Introdução .....	86
5.5.2 Influência da Pré-lavagem nas Propriedades Mecânicas de Fibras Brutas e Tratadas .....	87



5.6 TENACIFICAÇÃO DA MATRIZ POLIÉSTER - UM ESTUDO PRELIMINAR.....	93
6.0 CONCLUSÕES.....	97
7.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS POSTERIORES.....	98
7.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	99
ANEXO 01 .....	104
ANEXO 02 .....	109

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1 - Ângulo de contato (<math>\theta</math>) e tensões superficiais (<math>\gamma</math>) para uma gota de líquido sobre uma superfície sólida. ....</b>	<b>11</b>
<b>Figura 2 - Difusão Molecular.....</b>	<b>13</b>
<b>Figura 3 - Atração Eletrostática.....</b>	<b>14</b>
<b>Figura 4 - Ligação Química.....</b>	<b>14</b>
<b>Figura 5 - Adesão Mecânica.....</b>	<b>15</b>
<b>Figura 6 - Efeito do teor de fibra e do tratamento superficial nas propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta.....</b>	<b>58</b>
<b>Figura 7- Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibra tratadas com diferentes teores de isocianato.....</b>	<b>61</b>
<b>Figura 8 - A e B - Micrografias dos compósitos com fibras tratadas com 35% de isocianato.....</b>	<b>64</b>
<b>Figura 9 - A e B - Micrografias dos compósitos com fibras tratadas com 20% de isocianato.....</b>	<b>65</b>
<b>Figura 10 A e B - Micrografias dos compósitos com fibras tratadas com 10% de isocianato.....</b>	<b>66</b>
<b>Figura 11 A e B - Micrografias dos compósitos com fibras tratadas com 5% de isocianato.....</b>	<b>66</b>
<b>Figura 12- Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta,</b>	

com 1 e 2 camadas de fibras tratadas com diversos teores de uretano.....	68
Figura 13 A e B - Micrografias dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 35% de uretano.....	70
Figura 14 - Micrografias dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 20% de uretano.....	71
Figura 15 A e B - Micrografias dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 10% de uretano.....	71
Figura 16 A e B - Micrografias dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 5% de uretano.....	72
Figura 17 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibras tratadas com 10 e 20% de PVAc.....	74
Figura 18 A e B - Micrografias de varredura dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 20% de PVAc.....	76
Figura 19 A e B - Micrografias de varredura dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 10% de PVAc.....	77
Figura 20 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibras tratadas com anidrido maleico.....	78
Figura 21 A, B e C - Micrografias dos compósitos que empregaram fibras tratadas com anidrido maleico.....	80
Figura 22 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibras pré-lavadas com detergente por 15 e 60 minutos.....	82
Figura 23 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 camada de fibra pré-lavada com uma solução de NaOH à 5%,	

pelo período de 24 a 96 horas.....85

**Figura 24 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 camada de fibra pré-lavada com detergente. Comparação entre os compósitos que empregaram fibras sem tratamento superficial e tratadas com isocianato..... 88**

**Figura 25 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 camada de fibra pré-lavada com detergente. Comparação entre os compósitos que empregaram fibras sem tratamento superficial e tratadas com uretano.....89**

**Figura 26 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 camada de fibra pré-lavada com detergente. Comparação entre os compósitos que empregaram fibras sem tratamento superficial e tratadas com PVAc.....91**

**Figura 27 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 camada de fibra pré-lavada com detergente. Comparação entre os compósitos que empregaram fibras sem tratamento superficial e tratadas com anidrido maleico.....92**

**Figura 28 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibras brutas sem tratamento superficial. Foram empregadas 3 matrizes poliméricas: poliésteres puro e tenacificado com uretano e isocianato.....94**

## SIMBOLOGIA

- ASTM - American Standards for Testing and Materials
- CTMP - Polpa quimi-termo-mecânica
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - Ácido sulfúrico
- HDPE - Polietileno de Alta Densidade
- HIPS - Poliestireno de Alto Impacto
- LDPE - Polietileno de Baixa Densidade
- LLDPE - Polietileno Linear de Baixa Densidade
- MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura
- NaOH - Hidróxido de Sódio
- PP - Polipropileno
- PS - Poliestireno
- PVAc - Poli(acetato de vinila)

## RESUMO

Neste trabalho, estudou-se as propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta em função de tratamentos superficiais realizados nas fibras. Inicialmente avaliou-se o efeito do teor de juta bruta e tratada, nas propriedades mecânicas dos compósitos. Os tratamentos com isocianato, uretano, poli(acetato de vinila) e anidrido maleico foram analisados individualmente, observando-se seus efeitos nas propriedades finais dos compósitos e determinando-se o melhor tipo e teor de tratamento. O efeito de dois tipos de pré-lavagens das fibras (com solução de NaOH e com detergente neutro) com o intuito de aumentar a sua molhabilidade e por conseguinte as propriedades mecânicas dos compósitos, foram avaliadas para fibras sem tratamento e posteriormente sujeitas aos quatro tratamentos superficiais mencionados. As propriedades mecânicas de compósitos de matriz mista poliéster/isocianato e poliéster/uretano reforçados por tecido de juta também foram estudadas. Os resultados mostram que a resistência à tração dos compósitos poliéster/tecido de juta é inferior à da matriz. Os tratamentos superficiais minimizaram essa deficiência e as propriedades mecânicas melhoraram com o aumento do teor de fibra, conseguindo-se os melhores resultados com os tratamentos superficiais realizados com o isocianato e uretano à 10% v/w. A pré-lavagem com detergente promoveu um acréscimo nas propriedades mecânicas, não ocorrendo o mesmo com o NaOH. Melhores propriedades mecânicas foram obtidas com os sistemas mistos poliéster/isocianato e poliéster/uretano, sendo portanto estes os sistemas mais promissores.

## ABSTRACT

In this work the mechanical properties of polyester/jute cloth composites were investigated as a function of fiber surface treatments. Initially the effects of jute content for treated and untreated fibers on the composite's mechanical properties was evaluated. The treatments employed were: isocyanate, urethane, poly(vinyl acetate) and maleic anhydride. The effects of each of these treatments on the composite's mechanical properties were analysed and the best type and treatment content determined. The effect of two kinds of fiber pre-washing (NaOH and neutral detergent solutions) as a means to increase fiber wettability and therefore the composite's mechanical properties was also investigated for untreated as well as fibers which, afterwards, were treated with the four kinds of agents previously mentioned. The mechanical properties of mixed matrix (polyester/isocyanate and polyester/urethane) composites reinforced with jute cloth were also determined. The surface treatments employed minimized this effect; mechanical properties increased with fiber content and the best results were obtained with isocyanate or urethane fiber surface treatment at 10% v/w content. Pre-washing with detergent did promote a slight increase on mechanical properties while that with NaOH solution was not successful. Best mechanical properties were obtained with the mixed polyester/isocyanate or polyester/urethane matrix system, which the most promising of the system investigated.

## 1.0 INTRODUÇÃO

As fibras sintéticas como vidro, carbono, boro e kevlar, são usadas na fabricação de compósitos amplamente utilizados em aplicações estruturais e não-estruturais. Isto porque não só as fibras possuem elevados módulo e resistência específicos, como existem várias técnicas de processamento de baixo custo, disponíveis para a confecção de compósitos poliméricos. As fibras de vidro são as mais utilizadas, seguidas pelas fibras de carbono, boro e kevlar, que são mais caras e geralmente usadas na produção de compósitos especiais onde resistência e módulos elevados são necessários. Este é por exemplo, o caso das indústrias aeronáutica, aero-espacial e desportiva.

A crise energética e a maior preocupação com o meio ambiente, levou cientistas do mundo inteiro a estudar a utilização das fibras naturais na produção de compósitos com o intuito de substituir, pelo menos parcialmente, as fibras sintéticas que além de constituírem recursos não-renováveis, são muito dispendiosas. Fibras naturais como as de sisal, rami, juta, palma, bananeira, abacaxi e kenaf, dentre outras, têm sido empregadas como reforço em matrizes termoplásticas, borrachosas e termorrígidas. Comparadas às fibras sintéticas, as fibras naturais apresentam como vantagens o baixo custo, baixa densidade, são recursos naturais renováveis e biodegradáveis, possuem baixa abrasividade e apresentam boa resistência à quebra durante o processamento. Essas fibras também possuem módulo e resistência que as tornam úteis para reforço. As desvantagens das fibras naturais estão relacionadas com a alta absorção de água, incompatibilidade com as matrizes poliméricas e pobre resistência aos microorganismos (SHAH & I AKKAD,



1981; SATYANARAYNA et al., 1986; RAJ et al., 1989b; RAJ et al., 1989a; BATAILLE et al., 1990; KARMARKER & HINRICHSEN, 1991; BASU et al., 1992; JOSEPH et al., 1993; SAMAL & BHUYAN, 1994; KARMARKER & CLEMONS, 1995; HEDENBERG & GATENHOLM, 1995; GEORGE et al., 1995).

As propriedades dos compósitos reforçados com fibras e cargas particuladas dependem de fatores como: adesão matriz-carga, fração volumétrica da carga, razão de aspecto da carga, distribuição e orientação das cargas particuladas e fibrosas, respectivamente, e composição química da carga e matriz. A falta de adesão e molhabilidade entre as fibras naturais e as matrizes poliméricas são fatores críticos no emprego dessas fibras. A incompatibilidade entre as fibras naturais e polímeros sintéticos é devida à composição química das fibras naturais, cujos componentes principais são substâncias polares como celulose, hemicelulose e lignina, que são incompatíveis com a maioria das matrizes poliméricas. Um dos métodos mais amplamente empregados para promover ou melhorar a interação carga/matriz em compósitos poliméricos é através de tratamentos superficiais nas cargas. Desta maneira, compósitos com melhores propriedades mecânicas são obtidos ( RAJ et al., 1989-b; RAJ et al., 1989-a; MALDAS et al., 1989; KARMARKER & HINRICHSEN, 1991; JOSEPH et al., 1993; KARMARKER & CLEMONS, 1995). Matrizes termoplásticas, borrachosas e termorrígidas têm sido utilizadas na fabricação de compósitos reforçados por fibras vegetais.

As matrizes termorrígidas apresentam um enorme potencial para a utilização das fibras naturais pois neste caso pode-se utilizar métodos de processamento bastante simples e baratos, além de utilizar com vantagem fibras contínuas, sem a necessidade de se promover alterações nos procedimentos e/ou equipamentos de processamento. Vários

são os estudos sobre as propriedades mecânicas e efeitos de tratamentos superficiais e envelhecimento em compósitos de resinas termorrígidas/fibras naturais (CHAWLA et al., 1978; MCLAUGHLIN, 1980; SHAH & LAKKAD, 1981; PRASAD et al., 1983; SRIDHAR et al., 1984; PAL, 1984; SEMSARDEH & AMIRI, 1985) e o motivo deste interesse é tanto econômico quanto ambiental.

Dentre as fibras naturais empregadas como reforço em materiais poliméricos, as de juta ocupam uma posição de relevância. Isto porque a juta é uma das fibras naturais mais versáteis e úteis. Esta fibra é empregada em tapetes, cordas, sacos, etc, e possui um grande interesse industrial devido principalmente ao baixo custo, boa resistência e módulo específicos. Diversas tentativas tem sido feitas para uma produção econômica favorável, melhor posição tecnológica e diversificação das suas aplicações (SHAH & LAKKAD, 1981; KARMARKER & HINRICHSEN, 1991; IDRIS ALI et al., 1994; GHOSH & GANGULY, 1994).

O objetivo do presente trabalho consiste na avaliação das propriedades mecânicas de compósitos poliéster/tecido de juta em função do teor de fibra e de tratamentos superficiais nas fibras. Para tanto, foram realizados tratamentos com uretano, isocianato, anidrido maleico e poli(acetato de vinila) a teores distintos. Investigou-se também o efeito da pré-lavagem das fibras com detergente e solução de NaOH, em condições experimentais diversas, observando-se o efeito da pré-lavagem nas propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/tecido de juta sujeitos ou não a tratamentos superficiais. Num estudo preliminar, analisou-se as propriedades mecânicas de dois compósitos de matriz mista/tecido de juta, onde a matriz poliéster foi modificada pela adição de pequenas quantidades (10%) de uretano e isocianato.

## 2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA GERAL

### 2.1 INTRODUÇÃO

Desde a antiguidade que o homem vem utilizando materiais compósitos como meio de aliar e adequar as propriedades dos materiais existentes a novas aplicações. Apesar da utilização dos plásticos ser bem mais recente do que a da madeira, metais ou cerâmicas, os plásticos reforçados têm sido utilizados, pelo menos, desde o início do século (BLASS,1988).

O grande número de materiais que podem ser utilizados como matriz ou reforço, bem como a evolução tecnológica de processos permitiu o emprego de plásticos reforçados com vantagens econômicas e de produtividade, além de permitir o desenvolvimento de novos produtos, com propriedades específicas a uma determinada aplicação, a partir de materiais convencionais.

Nesta área, grandes desenvolvimentos foram realizados, tanto no que se refere às matrizes utilizadas quanto aos reforços. No caso dos reforços fibrosos utilizados em matrizes poliméricas, as fibras de vidro foram as precursoras das aplicações, inovações e melhorias tecnológicas no desenvolvimento de compósitos de matriz polimérica. Mais recentemente, surgiram outras fibras sintéticas com perspectivas de substituir com vantagens as fibras de vidro. Entre elas destacam-se as de carbono, kevlar e boro (BLASS,1988), porém estas fibras são bem mais caras que as de vidro e, por isto, sua

utilização restringe-se praticamente a aplicações aeroespaciais e desportivas onde o seu alto custo é justificado.

Uma outra classe de reforços fibrosos que tem sido muito estudada é a de fibras naturais. Isto porque estas fibras além de exibirem boas propriedades mecânicas, são baratas, abundantes, facilmente disponíveis e renováveis. Países como o Brasil, que possuem uma flora muito diversificada e grandes extensões territoriais adequadas ao plantio, devem viabilizar mecanismos para otimizar o aproveitamento destes recursos. Esta é mais uma das razões do presente estudo.

Visando facilitar o entendimento e a leitura do texto, neste capítulo, aspectos gerais sobre as propriedades e características de compósitos de matriz polimérica, a importância da interface bem como algumas das características da matriz e do reforço utilizados nesta dissertação serão apresentados.

## **2.2 Compósitos**

### **2.2.1 - DEFINIÇÃO**

Compósitos são materiais formados pela combinação física de dois ou mais materiais, sendo um a fase contínua, também chamada matriz, e outra, a fase dispersa ou carga, que pode se apresentar sob forma de fibras, partículas esféricas ou plaquetas. Em compósitos, as cargas ou reforços são embebidos na matriz e cada constituinte permanece com as suas características individuais (FLINN, 1981).

Uma das maneiras de classificar os compósitos é quanto ao tipo de carga:

a ) Compósitos Fibrosos

As fibras são caracterizadas pela alta razão de aspecto. Pode-se ter fibras usadas unidirecionalmente e aleatoriamente, produzindo-se respectivamente compósitos com excelentes propriedades na direção das fibras e compósitos com propriedades isotrópicas.

b ) Compósitos Laminados

Tratam-se de camadas de dois ou mais materiais intercaladas entre si. Várias propriedades podem ser melhoradas a partir da combinação das características desses materiais.

c ) Compósitos Particulados

Consistem de partículas de um ou mais materiais suspensos em uma matriz, de um outro material. As partículas podem ser metálicas ou não-metálicas.

Os compósitos sendo materiais heterogêneos, são estudados mecânicamente sob dois aspectos:

a ) Estudo Macromecânico

Nesse estudo, são produzidos corpos de prova do compósito, os quais são submetidos aos ensaios, obtendo-se com isso os valores das propriedades estudadas. A partir desses resultados, é realizado um estudo para relacionar as propriedades com a composição do compósito.

## b ) Estudo Micromecânico

Consiste na utilização de métodos matemáticos para derivar as relações que possam existir entre as propriedades e a composição, sendo esse método bastante eficiente.

Em princípio existem quatro fatores principais que afetam as propriedades de um compósito:

- características da carga ou reforço;
- características do polímero;
- formulação;
- condições de moldagem.

As características do reforço que têm maior influência sobre as propriedades de compósitos são: a sua constituição química, tamanho e razão de aspecto. A adesão entre os componentes de um compósito é de fundamental importância para que o reforço possa exercer sua função de forma efetiva e os esforços aplicados, divididos entre as duas fases (RICHARDSON,1977).

Em geral o módulo e a resistência à tração aumentam e a resistência ao impacto diminui com o emprego de cargas reforçantes.

As principais características dos polímeros são: a estrutura química (forças de ligação inter e intramoleculares), peso molecular, distribuição de peso molecular e taticidade que também exercem influência na morfologia cristalina e no grau de cristalinidade da matriz. Além disso, a presença de aditivos, pode afetar significativamente as propriedades de adesão polímero/carga (OGORKIEWICK,1974).

Existem muitos fatores de formulação que têm influência nas propriedades finais dos compósitos. Os mais importantes são a concentração e tratamento superficial do

reforço. Assim, a concentração do reforço é uma das principais variáveis a ser considerada no desenvolvimento de um compósito. A qualidade do compósito final é função, dentre outros requisitos, do comprimento e distribuição das fibras, do grau de dispersão destas na matriz polimérica e do grau de cristalinidade do compósito. No caso de compósitos reforçados por fibras longas ou contínuas, a qualidade do produto final também depende do método e condições de moldagem dos componentes.

Quando se utilizam cargas fibrosas, as tensões aplicadas ao sistema são transferidas pelo polímero à fibra por um mecanismo de transferência de tensão por cisalhamento (BRYDSON,1982). Para que haja transferência efetiva de tensões é necessário que a interface seja forte, ou seja, que haja boa adesão entre os componentes. A adesão inadequada entre as fases envolvidas poderá provocar o início de falhas, na interface, comprometendo o desempenho global do compósito (ACOSTA et al, 1986; HAGE, 1989).

### 2.3 INTERFACE MATRIZ-FIBRA

A região interfacial é fundamental na determinação das propriedades finais dos compósitos, pois é através da interface que os esforços atuantes na matriz são transmitidos ao reforço. Considerando que a grande maioria dos compósitos associa materiais intrinsecamente distintos, é comum haver problemas de compatibilização interfacial. Em razão das diferentes naturezas das ligações químicas envolvidas e da diferença entre os coeficientes de expansão térmica, a adesividade na interface é um

problema no desenvolvimento de compósitos. Dentre os mecanismos desenvolvidos para melhorar a qualidade da interface em compósitos de matriz polimérica destacam-se o uso de agentes de acoplamento e modificações na superfície dos reforços ou das matrizes (HAGE, 1989).

Ao se desenvolver modelos para prever as propriedades mecânicas de compósitos poliméricos, supõe-se que:

- a) a matriz e a fibra comportem-se como materiais elásticos;
- b) a interface seja infinitamente fina;
- c) a ligação entre a matriz e a fibra seja perfeita, não havendo descontinuidade através da interface;
- d) o material junto das fibras possuam as propriedades da mesma,
- e) as fibras sejam arranjadas em uma ordem regular e repetida.

Estas suposições são necessárias para se obter soluções para modelos matemáticos (HULL, 1981).

A interface domina as propriedades de tenacidade na fratura de compósitos e a sua resposta aos ambientes corrosivos e aquosos. Compósitos com interface fraca têm relativamente baixa resistência e baixa rigidez, mas alta resistência à fratura, enquanto compósitos com forte interface têm alta resistência e alta rigidez, mas são frágeis (HULL, 1981).

A natureza da ligação entre a matriz e a fibra depende do arranjo atômico e propriedades químicas da fibra, da conformação molecular e constituição química da matriz polimérica, sendo portanto, específica para cada sistema matriz-fibra.



### 2.3.1 Teorias de Adesão

A adesão entre materiais depende das suas características superficiais e é governada por dois critérios: contato molecular e força atrativa ou coesiva. A adesão pode ser atribuída à sete mecanismos que ocorrem na interface, isoladamente ou em conjunto, para produzir a ligação fibra/matriz. Dentre as teorias que tratam do contato molecular (HULL, 1981; CHUNG, 1991), incluem-se : a) Teoria da Adsorção; b) Teoria da Interdifusão; c) Teoria da Interpenetração; d) Teoria da Fronteira Fraca (weak boundary). Por outro lado, as teorias relativas à força de atração máxima são: a) Teoria da Ligação Química; b) Teoria Ácido-Base; c) Teoria Eletrostática; d) Teoria da Fronteira Fraca (weak boundary). Estas teorias serão apresentadas a seguir:

#### a) Teoria da Adsorção e Molhamento

Quando duas superfícies eletricamente neutras são colocadas em contato, existe uma atração física que pode ser compreendida considerando-se o molhamento das superfícies sólidas por líquidos. No caso de dois sólidos colocados em contato, a aspereza da superfície em uma escala microscópica e atômica não permite que as superfícies entrem em contato exceto em pontos isolados. Nesse caso, mesmo ocorrendo uma forte adesão nos pontos de contato, a adesão final sobre toda a superfície será fraca. Para um efetivo molhamento da superfície da fibra, a resina deve cobrir todas as irregularidades da superfície, deslocando todo o ar contido nestes locais. Camadas fronteiriças fracas também devem ser evitadas.

Duas equações podem explicar o molhamento das fibras. A equação de Dupré considera o trabalho termodinâmico de adesão,  $W_a$ , de uma superfície sólida por um líquido,

$$W_a = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \quad (1)$$

onde  $\gamma_1$  e  $\gamma_2$  são as energias livres de superfícies do líquido e sólido respectivamente, e  $\gamma_{12}$  é a energia livre da interface sólido-líquido. Esta equação pode ser relatada para a situação física de uma gota de líquido sobre uma superfície sólida, Figura 1, pelo uso da equação de Young. Quando as forças no ponto A são resolvidas na direção horizontal, então a equação de Young

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cdot \cos(\theta) \quad (2)$$

onde  $\gamma_{SV}$ ,  $\gamma_{SL}$  e  $\gamma_{LV}$  são as energias livres superficiais, ou tensões superficiais sólido-vapor, sólido-líquido e líquido-vapor respectivamente e  $\theta$  é o ângulo de contato.

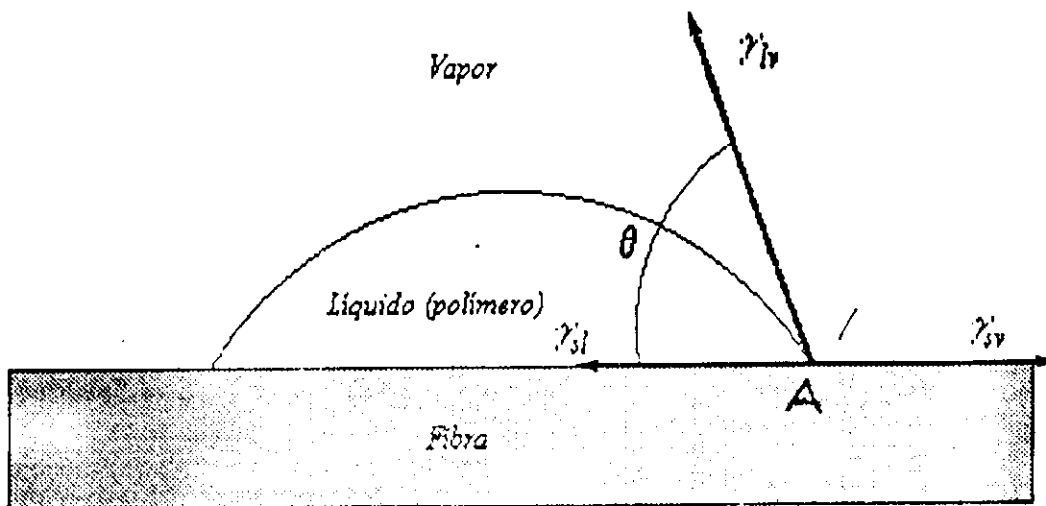


Figura 1 - Ângulo de contato ( $\theta$ ) e tensões superficiais ( $\gamma$ ) para uma gota de líquido sobre uma superfície sólida.

Ocorre molhamento espontâneo quando  $\theta = 0^\circ$ . A tensão superficial dos sólidos é muito difícil de se medir, enquanto a tensão superficial de líquidos pode ser determinadas. O valor de  $\gamma_{SV}$  pode ser obtido a partir de líquidos de conhecido  $\gamma_{LV}$ . Zisman introduziu o conceito de tensão superficial crítica de molhamento  $\gamma_C$ , onde somente líquidos com  $\gamma_{LV} < \gamma_C$  conseguirão se espalhar espontaneamente sobre o sólido.

Um valor para  $W_A$  pode ser conseguido pelas equações (1) e (2), colocando  $\gamma_1 = \gamma_{SV}$ ,  $\gamma_2 = \gamma_{LV}$  e  $\gamma_{12} = \gamma_{SL}$ , logo:

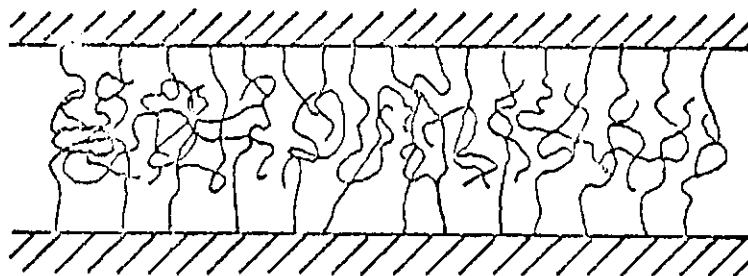
$$W_A = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - \gamma_{SL} \quad (3)$$

O valor de  $W_A$  representa uma ligação física resultante de altas forças de dispersão molecular localizadas, que em situações ideais podem resultar em forte adesão entre a resina e a fibra. Na prática não é alcançada uma forte ligação devido à fatores como: a) a superfície da fibra é contaminada, o que torna a energia superficial muito menor do que a da base sólida, b) a existência de ar e outros gases na superfície das fibras e c) a ocorrência de grandes tensões em função da contração da resina durante o processo de cura. O molhamento é fundamental em processos de fabricação de compósitos.

#### b) Teoria da Interdifusão

A teoria da interdifusão afirma que a adesão é devida à difusão intermolecular e emaranhamento das moléculas poliméricas de uma superfície sobre outra, Figura 2. A

resistência da ligação dependerá da quantidade de entrelaçamento molecular e do número de moléculas envolvidas. A interdifusão é promovida pela presença de solventes e agentes plastificantes, e depende dos constituintes, conformação e mobilidade molecular.



**Figura 2 - Difusão Molecular**

### **c) Teoria da Atração Eletrostática**

Forças de atração ocorrem entre duas superfícies, quando uma está carregada positivamente e a outra negativamente, como nas interações ácido-base e ligações iônicas, Figura 3. A resistência da interface dependerá da intensidade das cargas. Mesmo sem contribuir decisivamente na resistência final da interface fibra/matriz, atrações eletrostáticas podem determinar o modo como agentes de acoplamento se depositam na superfície das fibras. Este é o caso das fibras de vidro tratadas com agentes de acoplamento silano que são dependentes do pH da solução. Portanto, é possível controlar a orientação das moléculas do agente de acoplamento sobre a superfície do vidro e otimizar o processo que, certamente, envolve a formação de ligações químicas.

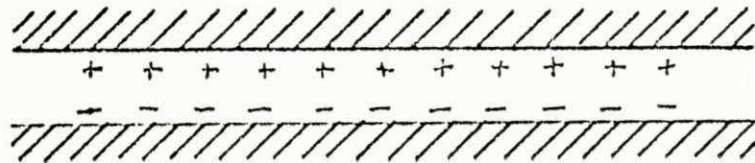


Figura 3 - Atração Eletrostática.

#### d) Teoria da Ligação Química

A formação de ligações químicas entre componentes de um compósito explica a utilização dos agentes de acoplamento como promotores de adesão. A ligação química é formada entre um grupo químico sobre a superfície da fibra e um grupo químico compatível da matriz, Figura 4. A resistência da interface depende do número e tipo de ligações formadas.

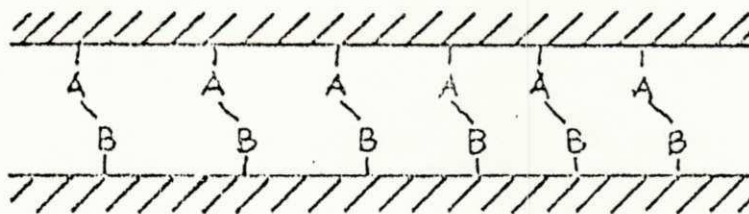
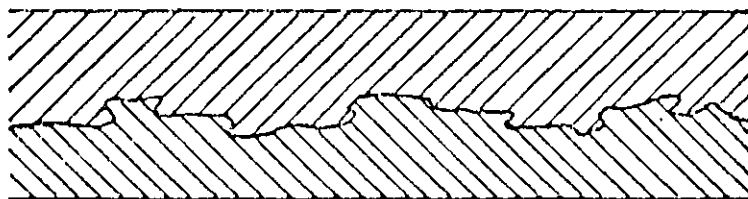


Figura 4 - Ligação Química.

### e) Teoria da Adesão Mecânica

A adesão mecânica pode ocorrer devido ao agarramento mecânico entre duas superfícies, Figura 5. Uma resina que molha a superfície de uma fibra, preenche todas as irregularidades da superfície. A resistência dessa interface em tensão não poderá ser alta se não houver um grande número de reentrâncias na superfície da fibra, ou seja, depende da aspereza ou rugosidade da fibra. Neste caso, a resistência ao cisalhamento pode ser significativa. Outro fator importante, é que estas superfícies irregulares possuem maior área superficial e, portanto, podem ter maior número de ligações.



**Figura 5 - Adesão Mecânica.**

### f) Teoria Ácido-Base

A teoria ácido-base aplica o conceito ácido-base de Bronsted para prever a magnitude relativa da ligação de hidrogênio entre polímeros e superfícies oxidadas na presença de umidade. A resistência ácido-base de um composto orgânico é avaliada pelo

seu valor de pK. A resistência ácido-base de uma superfície oxidada é medida pelo seu ponto isoelétrico a partir do potencial zeta, usando suspensões de pós de óxido. Um baixo ponto isoelétrico como o do  $\text{SiO}_2 = 2$ , indica uma superfície ácida, onde materiais básicos (ex. aminas), deveriam aderir bem. Um alto ponto isoelétrico como o do  $\text{MgO} = 12$ , indica uma superfície básica, onde materiais ácidos (ex. carboxílicos) deveriam aderir bem.

#### g) Teoria da Fronteira Fraca

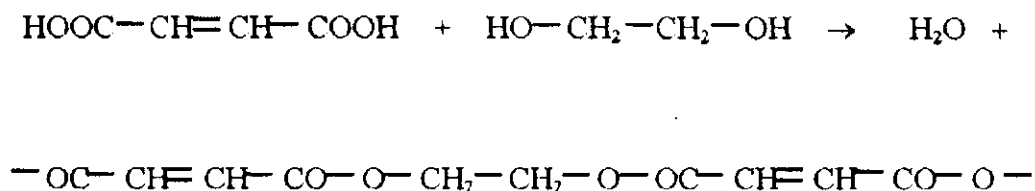
Esta teoria representa a visão mecânica dos engenheiros para a adesão. A ruptura sempre acontece na ligação mais fraca. A fraca adesão local pode ser devida à falhas com vazios, bolhas, fendas ou microfissuras na região interfacial. As regiões fracas ocorrem onde contatos moleculares ou ligações químicas não existem.

## 2.4 A MATRIZ POLIÉSTER

O poliéster é obtido a partir da reação de condensação de um poliálcool e um poliácido. Dependendo do tipo de ácido empregado, o poliéster obtido pode ser termoplástico (poliéster saturado) ou termorrígido (poliéster insaturado):

- Poliéster saturado: quando são utilizados diácidos saturados;
- Poliéster insaturados: quando são utilizados diácidos insaturados.

A reação de condensação do poliéster a partir dos constituintes básicos é apresentada abaixo:



#### 2.4.1 Ácidos Saturados

Os ácidos saturados mais empregados na produção do poliéster são os ácidos ortoftálico (na forma de anidrido) e o seu isômero, ácido isoftálico. As primeiras resinas comercialmente disponíveis foram as resinas ortoftálicas. A presença do anel benzênico do ácido ortoftálico reduzia problemas com a cristalização, a resina tornava-se menos quebradiça e mais compatível com o monômero de estireno. A desvantagem desse ácido, consiste na posição dos grupos reativos na posição orto, que interferem na síntese de poliésteres com cadeias macromoleculares longas.

O ácido isoftálico apresenta os grupos carboxila afastados, na posição meta, conferindo menor interferência no crescimento da cadeia molecular durante a síntese do poliéster, resultando em materiais com cadeias macromoleculares mais longas. As diferentes posições dos grupos funcionais nos ácidos isoftálico e ortoftálico são responsáveis pelas diferenças entre os poliésteres iso e ortoftálicos. As resinas ortoftálicas são mais rígidas, possuem tempo de cura mais longo e são menos viscosas, enquanto as resinas isoftálicas apresentam maior resistência química, resistência à água e solventes, resistência ao impacto e melhores propriedades mecânicas.



### 2.4.2 Ácidos Insaturados

Os ácidos insaturados mais empregados são os ácidos maleico, usado na forma de anidrido maleico, e o isômero deste, o ácido fumárico. O ácido maleico é usado na forma de anidrido devido ao baixo ponto de fusão e liberar pouca água de condensação durante a síntese do poliéster, tornando a reação mais rápida.

### 2.4.3 Glicóis

Os glicóis apresentam grandes influências nas propriedades mecânicas dos poliésteres, podendo influenciar a flexibilidade, cristalinidade, sensibilidade à água e ao calor, inércia química, dentre outras propriedades, em função do tipo de glicol empregado.

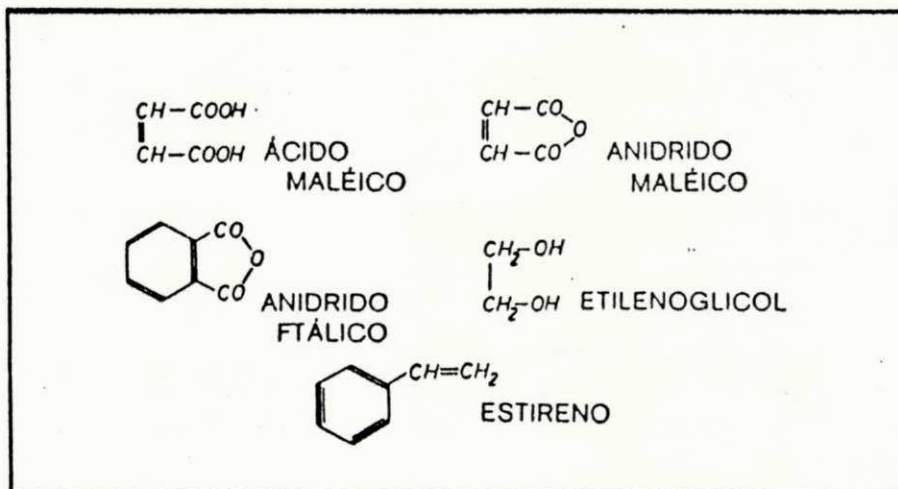
O etileno glicol é o mais simples dos glicóis, porém apresenta o inconveniente de gerar polímeros com tendência à cristalização. Em virtude desse fato, o propileno glicol é o mais empregado nas reações do poliéster. O neopentil glicol (NPG) está sendo cada vez mais empregado na síntese do poliéster devido às excelentes propriedades conferidas à resina. Devido à sua estrutura, o NPG confere ao poliéster pequena absorção de água, melhor resistência às intempéries e excelente manutenção do brilho.

#### 2.4.4 Monômeros

Os monômeros são usados como solvente da resina para copolimerizar os pontos de insaturação presentes na cadeia do poliéster, formando uma ponte entre as cadeias poliméricas.

O estireno é o monômero mais empregado por razões econômicas e técnicas. A insaturação presente no grupo vinílico do estireno forma a ligação entre duas cadeias adjacentes de poliéster. A presença do anel benzênico no estireno torna esse monômero altamente compatível com resinas produzidas a partir do ácido ortoftálico, isoftálico ou bifenol-A.

Diversos outros monômeros são usados como pontes, na cura do poliéster, onde cada um deles fornece novas propriedades à resina. Metil metacrilato, alfa metil estireno, dicloro estireno são exemplos de outros monômeros empregados. As substâncias mais empregadas na obtenção do poliéster são mostradas abaixo:



#### 2.4.5 Processo de Cura

A reação de cura do poliéster ocorre através da interligação dos pontos de insaturação das cadeias moleculares. Para essa reação ocorrer é necessário que as insaturações sejam abertas por algum mecanismo. A abertura pode ocorrer através da aplicação de radiação de comprimento de onda adequado, pela elevação da temperatura ou com adição de um sistema de cura acelerador/ iniciador.

O processo de cura por meio de sistemas iniciador/acelerador, ocorre pela liberação de radicais livres, resultantes da ação do acelerador sobre o iniciador, que atacam as insaturações. Os radicais livres abrem as duplas ligações das macromoléculas e dos monômeros dando início à uma reação em cadeia que produz a total reticulação da resina.

### 2.5 Processos de Fabricação de Compósitos

Os compósitos possuem diversos processos de fabricação, possibilitando que se obtenham produtos com propriedades mecânicas distintas e sejam utilizados em diversos campos de aplicações. Existem vários processos de moldagem, dentre esses serão apresentados os mais utilizados ( BATISTA,1990):

#### 2.5.1 Hand Lay-up (Processo Manual)

O processo manual consiste em se aplicar camadas sucessivas de fibras, na forma de tecidos ou manta em um molde, seguida por camadas de resina. A resina com o

sistema de cura, é aplicada sobre as fibras com o auxílio de um pincel que também possui a finalidade de eliminar as bolhas existentes. A cura ocorre na temperatura ambiente ou pode-se adicionar calor para diminuir o tempo de cura.

### **2.5.2 Spray-up (Disposição à Pistola)**

Nesse método as fibras e a resina são depositadas juntas no molde. As fibras são picotadas e junto com a resina são aplicadas ao molde utilizando-se uma pistola. A adição do agente de cura é feita no momento da aplicação. Este método é usado na fabricação de peças de formas complexas ou peças muito grandes.

### **2.5.3 Filament Winding (Enrolamento)**

Consiste na bobinagem de um fio contínuo que recebe a resina, sendo em seguida enrolado em um mandril. É muito utilizado na fabricação de peças cilíndricas que serão submetidas à pressões internas. É um processo que economiza os materiais empregados.

### **2.5.4 Moldagem à Vácuo**

Aprimoramento dos processos manual e à pistola, que utiliza o vácuo para se eliminar bolhas e excesso de resina. Após a aplicação normal das fibras e resina no

molde, coloca-se um filme flexível sobre o moldado, antes da cura, de maneira que se cubra totalmente o contorno de molde. O vácuo é aplicado entre o molde e o filme, sendo retiradas as bolhas e o excesso de resina.

#### **2.5.5 Pressure-bag (Moldagem sob Pressão)**

Consiste em uma variação do processo de moldagem à vácuo, sendo que nesse processo, após a laminação normal, é aplicada uma pressão na forma de ar comprimido ou vapor sobre o filme flexível que cobre o laminado. Neste caso obtém-se um produto mais compacto e com superfícies mais lisas.

### 3.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA ESPECÍFICA

O emprego das fibras naturais como sisal, juta, rami e côco, para reforço em matrizes poliméricas é uma área de estudo importante. Tem crescido muito o interesse em trabalhos realizados visando solucionar as limitações de processamento, melhorar as propriedades mecânicas, minimizar o consumo de resina, melhorar a resistência às intempéries e outras deficiências que esses compósitos apresentam.

Encontram-se na literatura vários trabalhos que tratam das potencialidades e limitações no uso das fibras naturais; das características individuais dos diferentes tipos de fibra; das possibilidades de processamento; das propriedades mecânicas e do custo desses compósitos; bem como do efeito de tratamentos superficiais nas fibras. Estes estudos mostraram que, muitos dos problemas encontrados na utilização de fibras naturais como reforço em matrizes poliméricas, são comuns e independentes da procedência e tipo de fibra empregado.

As fibras naturais perderam muito espaço na sua utilização com o surgimento das fibras sintéticas, ficando suas aplicações restritas ao vestuário e aplicações menos nobres. Vários trabalhos estão sendo realizados para incentivar o uso dos recursos naturais, contribuindo dessa forma com a questão ambiental e econômica, pois esses materiais não causam danos ao meio ambiente e ajudam os produtores dessas matérias-primas, através da geração de novas fontes de renda.

No presente estudo, a escolha da utilização de juta como reforço em matriz poliéster, deve-se ao fato da juta, ser abundante nas regiões Norte e Nordeste e apresentar

características mecânicas e de molhabilidade pela matriz poliéster superiores às do sisal, que é outra fibra relevante à economia regional Nordeste. A produção atual da fibra de juta existe atendendo uma demanda de mercado que emprega as fibras na produção de sacos, barbantes, esteiras e produtos afins. O emprego dessas fibras na produção de compósitos em nível industrial, permitiria aos produtores expandir suas atividades comerciais junto com o aumento da produção, tendo implicações positivas para o bem-estar social e para a economia da região.

Uma grande limitação no emprego das fibras naturais se refere à interface matriz-fibra que, via de regra, é bastante pobre. Considerando a grande influência da interface nas propriedades mecânicas de compósitos e que, nas fibras sintéticas é comum a realização de um tratamento superficial para melhorar a interface fibra/matriz, faz-se necessário realizar estudos visando melhorar a interface matriz-fibras naturais para se obter compósitos de melhor qualidade .

MORASSI, 1994, estudou a origem e extração várias de fibras naturais a saber: algodão, sisal, rami, linho, abacá, caruá e côco. No trabalho foram apresentadas algumas propriedades mecânicas das fibras, e diversas aplicações na indústria automobilística, ressaltando-se os estudos realizados para ampliar suas aplicações.

Diversos estudos sobre compósitos reforçados com fibras naturais evidenciam a importância da interação matriz-fibra, e relatam vários tratamentos realizados nas fibras para torná-las mais compatíveis com as matrizes poliméricas, melhorar as propriedades físico-mecânicas e obter novas aplicações. Dentre estes estudos, alguns estão relatados abaixo. Supõe-se que a utilização das fibras modificadas venha a promover a adesão entre fibra/matriz e, desta forma, melhorar as propriedades mecânicas de compósitos de matriz polimérica/fibras naturais.

SIKDAR et al., 1995, estudaram a copolimerização por enxertia da acrilonitrila sobre as fibras de juta, usando permanganato de potássio como iniciador na presença de ar. Analisaram-se diversos fatores na reação, como a concentração do iniciador, concentração de monômero e tempo de reação, dentre outros fatores, para se determinar as melhores condições de reação. Procuraram empregar um sistema de iniciação que alcançasse o máximo de enxertia, com baixo custo, apresentando formação mínima de homopolímeros e cuja reação pudesse ocorrer na presença de ar para tornar o processo economicamente viável.

GHOSH & GANGULY, 1994, estudaram a enxertia de acrilonitrila em fibras de juta, analisando as diferentes extensões de enxertia com raios-X, as propriedades tênséis e o comportamento térmico, dentre outras propriedades. A morfologia de diferentes amostras de fibra foi estudada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados indicaram que a enxertia de poli(acrilonitrila) ocorreu tanto na superfície e nas regiões intercelulares quanto dentro dos lúmens das fibras multicelulares de juta.

SENGUPTA, 1992, estudou as propriedades dos tecidos de juta submetidas aos tratamentos superficiais com poliacetato de vinila (PVAc) e poliacrilato (PVAR). Concluíram que a mais alta rigidez nos tecidos pode ser derivada de um ligante de alta tenacidade e alto módulo inicial, e que a deterioração das propriedades mecânicas ocorrida com altos teores de fibra estava associada à delaminação para os casos de maior peso das fibras.

IDRISS ALI et al., 1994, estudaram as propriedades mecânicas e físicas de filmes curados com radiação ultra-violeta, produzidos a partir de formulações com acrilato de uretano em combinação com monômeros, fotoiniciador e plastificantes. Seis formulações foram preparadas com acrilato de uretano e os aditivos, para cobrir os



tecidos de juta e cura-los com radiação UV. Os filmes preparados com essas formulações foram caracterizados para se determinar as formulações capazes de melhorar as propriedades da juta. Concluíram que a resistência tênil aumentou em torno de 80%, a alongação mais de 300% e a redução da absorção de água em torno de 60%.

SAMAL & BHUYAN, 1994, caracterizaram e determinaram algumas propriedades das fibras da folha do abacaxi (PALF) modificadas quimicamente. Os métodos de modificação química empregados foram: mercerização da PALF, preparação da fibra oxidada e enxertia de acrilonitrila na PALF. A caracterização das fibras modificadas, empregou a análise por infra-vermelho com transformada de Fourier (FTIR) e medida da viscosidade. As propriedades foram determinadas com as análises da absorção de umidade, absorção de corante e termogravimetria (TGA) entre outras análises.

AGUILAR-VEGA & CRUZ-RAMOS, 1995, estudaram as propriedades físicas, estabilidade térmica e interação de alguns reagentes com as fibras celulósicas de henequém. As dimensões físicas, comprimento aparente e diâmetro das fibras foram determinados por microscopia eletrônica. Concluíram que as propriedades do henequém mostraram características gerais que estão de acordo com as encontradas em outras fibras celulósicas.

FREDDI et al., 1995, trataram tecidos de seda doméstica ( *Bombyx mori* ) e selvagem ( *tussoh, Antheraea pernyi* ) com soluções diluídas de NaOH. As mudanças estruturais foram observadas com difração de raios-X , Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), Análise Dinâmico-Mecânica (DMA) e Análise Termo-Mecânica (TMA). Concluíram que as mudanças físicas e capacidade de tingimento dependem das diferentes estruturas físico-químicas e reatividade dos dois tipos de seda ao mesmo

tratamento alcalino. A seda *B. mori* mostrou menor tenacidade acompanhada por sensíveis mudanças no comportamento viscoelástico, enquanto a tingibilidade não mudou significativamente. A seda tussah exibiu mudanças nas propriedades mecânicas e comportamento térmico. A absorção de água no equilíbrio da seda tussah aumentou linearmente com o tratamento alcalino, enquanto o comportamento da seda *B. mori* não foi alterada.

ROGOVINA et al., 1995, estudaram a produção de alguns derivados de celulose, como carboximetil celulose e acetato de celulose, sob a ação conjunta de alta pressão e deformação sob cisalhamento na temperatura ambiente. Foram realizadas as seguintes reações: (1) hidrólise da celulose em presença de  $H_2SO_4$ , (2) a interação da celulose com ácido monocloroacético, resultando na carboximetil celulose e (3) a interação da celulose com ácido acético, resultando na formação de acetato de celulose. Este estudo foi importante para se determinar as reações, que possuem grande interesse prático, porque sob estas condições há uma redução dos reagentes utilizados e pode-se promover as reações na ausência de solventes.

O emprego das matrizes termoplásticas para serem reforçadas com fibras naturais é bastante pesquisado, e geralmente as preocupações neste caso referem-se às condições de processamento, resistência às intempéries, interface matriz-fibra, dispersão das fibras na matriz e propriedades finais do compósito.

O reforço do polietileno linear de alta densidade (LLDPE), polipropileno (PP) e poliestireno (PS) com fibras e polpas vegetais diferentes foram conduzidos por pesquisadores com o objetivo de avaliar o efeito de tratamentos superficiais. RAJ et al., 1989-a, estudaram o reforço do polietileno linear de baixa densidade (LLDPE) com diversas polpas vegetais. Fizeram tratamentos superficiais nas polpas utilizando agente

silano e poli[metileno (polifenil isocianato)] para melhorar a interação com a matriz polimérica. Compararam os resultados obtidos com as propriedades tênséis e de impacto dos compósitos com mica e fibra de vidro. Observaram uma melhora na resistência à tração e módulo dos compósitos carregados com polpas tratadas com silano, e a tensão no escoamento cresceu quando se empregou o isocianato.

RAJ et al., 1989-b, estudaram o polipropileno (PP) reforçado com polpa quimi-termo-mecânica (CTMP) e pó de madeira. Fizeram tratamentos químicos para melhorar a adesão entre o polímero e a fibra, empregando os seguintes produtos: a) poli[metileno(polifenil isocianato)], b) agente silano e c) epolene. Concluíram que o polipropileno utilizando a fibra de madeira tratada mostrou elevação na resistência tênsil. O módulo elástico do compósito foi pouco afetado pelo tratamento da fibra.

MALDAS et al., 1989, estudaram fibras vegetais do Aspen, na forma de polpa quimi-termo-mecânica (CTMP) e Tembec 6816 como reforço de poliestireno (PS), observando a resistência à tração, alongação na ruptura e módulo. A influência de diferentes agentes de acoplamento como poli[metileno(polifenil isocianato)] e agente silano, e enxertia de poliestireno sobre as propriedades mecânicas foram analisados. Os resultados mostraram que o tratamento com isocianato foi o mais eficiente, enquanto os compósitos com fibras tratadas com agentes silano apresentaram as piores propriedades mecânicas. A utilização da CTMP com um nível de 56,2% de enxertia, mostrou que os resultados são comparáveis às propriedades daquelas contendo fibras tratadas com 3% de isocianato.

O polietileno por tratar-se de um polímero de extrema importância comercial é muito usado como matriz para reforço com fibras naturais. RAJ et al., 1990, estudaram os compósitos de polietileno linear de baixa densidade (LLDPE) reforçado com fibras

vegetais, fibra de vidro e mica, avaliando-se as propriedades desses compósitos quando submetidos aos efeitos do envelhecimento. Os corpos de prova foram submetidos à diferentes condições de teste: exposição a 105 °C por 7 dias e imersão em água fervente por 4 horas. Concluíram que os compósitos de LLDPE reforçados com fibra de vidro e fibras naturais, mostraram melhor retenção da resistência tênsil e módulo após o envelhecimento térmico a 105 °C por 7 dias. O tratamento com água fervente provocou uma queda nas propriedades tênsis dos compósitos com mica e fibra natural. A estabilidade dimensional dos compósitos com fibras naturais foi inferior à dos compósitos contendo mica e fibra de vidro. Essa característica é devida ao fato das fibras celulósicas absorverem água, provocando um inchamento e diminuindo a estabilidade dimensional.

BATAILLE et al., 1990, estudaram as propriedades dos compósitos de polietileno linear de baixa densidade (LLDPE) e polietileno de alta densidade (HDPE) reforçados com polpa celulósica. Empregaram peróxido de benzoíla (BPO), peróxido de dicumila (DCP) e agente silano A-174 para melhorar a adesão entre a matriz e a carga. Quando os componentes do compósito foram misturados à 160 °C, o uso do BPO produziu um aumento na resistência no escoamento de 70% nos compósitos LLDPE/celulose e de 15% nos compósitos HDPE/celulose. Na substituição do BPO pelo DCP, a resistência no escoamento atingiu um platô em mais baixa concentração. Os compósitos LLDPE/celulose pré-tratada com silano apresentaram um pequeno aumento na resistência no escoamento, em relação aos compósitos que empregaram peróxidos.

JOSEPH et al., 1993, estudaram as propriedades tênsis do polietileno de baixa densidade (LDPE), reforçado com fibras de sisal. Consideraram os efeitos do método de processamento, da concentração, comprimento e orientação das fibras sobre as propriedades do compósito. As fibras foram misturadas ao polietileno empregando-se os

métodos de mistura no estado fundido e de mistura em solução. Os compósitos feitos a partir da mistura em solução, apresentaram os melhores resultados para as propriedades tênses, o que foi atribuído à manutenção das características originais das fibras com este método de mistura ao passo que, durante o processamento (mistura no estado fundido) as fibras são danificadas. As melhores propriedades tênses foram alcançadas com o comprimento de fibra entre 6 e 9 mm, e os compósitos alinhados unidirecionalmente mostraram elevados valores no módulo e tensão ao longo do eixo das fibras.

GEORGE et al., 1995, estudaram os compósitos de polietileno de baixa densidade (LDPE) reforçado com fibras curtas da folha do abacaxi (PAIF), onde empregaram-se os métodos de mistura no estado fundido e mistura em solução na produção dos compósitos. Foram considerados os efeitos das condições de processamento, concentração de fibra e comprimento das fibras sobre as propriedades mecânicas do compósito. Os autores concluíram que as propriedades tênses dos compósitos produzidos pela mistura no estado fundido foram menores do que as propriedades dos compósitos produzidos pela mistura em solução, o que foi atribuído aos maiores danos na fibra e quebras durante a mistura do fundido. As propriedades globais mostraram que o comprimento ótimo das fibras foi de 6mm, e que os compósitos com fibras orientadas longitudinalmente mostraram melhores propriedades, confirmando os dados obtidos por JOSEPH et al., 1993, para o sistema LDPE/sisal.

O polipropileno também é outro polímero de relevante importância comercial que tem sido investigado como matriz em compósitos reforçados por fibras naturais. BATAILLE et al., 1989, estudaram o efeito do pré-tratamento superficial de fibras celulósicas, o tempo e a temperatura de processamento sobre as propriedades mecânicas do sistema polipropileno/celulose. Para melhorar a interação entre o polipropileno e a

fibra celulósica, empregaram-se agente silano e polipropileno modificado com anidrido maleico. Concluíram que existe pouca adesão em altos níveis de alongação entre a celulose não tratada e o polipropileno. A oxidação do polipropileno melhorou a adesão entre as fases, e a presença do antioxidante diminuiu a adesão. A forte adesão com a fibra tratada com silano promoveu a delaminação das fibras celulósicas. A presença de polipropileno modificado com anidrido maleico melhorou a adesão e promoveu a dispersão das fibras celulósicas na matriz.

SAIN et al., 1994, estudaram as propriedades dos compósitos de polipropileno (PP) reforçados com polpa quimi-termo-mecânica (CTMP), fazendo pré-modificações na polpa e no PP com m-fenileno bismaleimida (BMI). Concluíram que a polpa CTMP e o PP podem ser misturados acima da temperatura de fusão do PP e que desse modo obtêm-se composições com propriedades úteis. Quando as composições foram tratadas com borato de sódio, ácido bórico, ou resina fenólica, as possibilidades de queima das composições durante o processamento foram diminuídas. A pré-modificação do PP e da CTMP com BMI melhorou a resistência dos compósitos sem afetar as outras propriedades. Essa melhora na resistência dos compósitos pode ser explicada em função das possíveis reações de enxertia entre o PP e a BMI como também entre a CTMP e o BMI.

SANADI et al., 1994, fizeram um estudo comparativo entre os compósitos de polipropileno carregado com 50% de kenaf e os compósitos empregando talco, carbonato de cálcio, fibra de vidro e mica. Concluíram que o módulo tênsil do compósito com kenaf foi superior aos dos compósitos com carbonato de cálcio e talco e equivalentes aos de mica e fibra de vidro. Os módulos tênsil e de flexão foram mais baixos do que o polipropileno carregado com fibra de vidro, porém superiores aos dos outros compósitos.

A resistência ao impacto do compósito com kenaf foi inferior às dos compósitos com fibra de vidro, e semelhantes à dos demais compósitos. O compósito com kenaf apresentou elevada absorção de água.

KARMARKER et al., 1995, estudaram o efeito da absorção de água na interface, e nas propriedades mecânicas e físicas do polipropileno reforçado com fibras celulósicas, como a fibra de juta e fibras lignocelulósicas obtidas de jornais velhos reciclados. Os autores mostraram que a adesão entre as fases é fraca e que fendas entre as fibras lignocelulósicas e o polipropileno, causadas pela contração térmica diferencial dos componentes do sistema, podem ser preenchidas pelo aumento dimensional das fibras quando elas são inchadas por água. O preenchimento dessas aberturas provoca elevado cisalhamento entre a fibra e o polímero, aumentando as propriedades mecânicas dos compósitos. Por outro lado, uma grande absorção de água pelos compósitos PP/fibras lignocelulósicas causa um inchamento exagerado das fibras, levando à deterioração destas propriedades. O PP modificado com anidrido maleico, usado como agente de acoplamento, promoveu melhor ligação entre as fibras e o polipropileno, reduzindo a absorção de água e o inchamento das fibras.

KARMARKER et al., 1991, estudaram a utilização de juta como reforço em termoplásticos, onde foram empregados filmes de polietileno de alta e baixa densidade, polipropileno e de um copolímero de polietileno. Observaram que as fibras de juta podem ser usadas como reforço em termoplásticos com baixo ponto de fusão como o LDPE, HDPE, copolímero de polietileno e PP. As propriedades mecânicas obtidas mostram que as fibras de juta podem ser usadas como uma alternativa para substituir as fibras sintéticas em algumas aplicações. A principal desvantagem da juta é sua alta capacidade de absorção de água.

HEDENBERG et al., 1995, estudaram as propriedades mecânicas de uma mistura de polietileno de baixa densidade (LDPE) e poliestireno de alto impacto (HIPS) na proporção de 70% de LDPE para 30% de HIPS. Nesta mistura adicionou-se polpa quimi-termo-mecânica (CTMP) como carga e um copolímero em bloco estireno-etileno/butileno-estireno enxertado com anidrido maleico (MAH-SEBS), usado como agente compatibilizante. Os testes de tração mostraram que introdução da CTMP aumentou a rigidez dos compósitos LDPE/HIPS. O agente compatibilizante MAH-SEBS, produziu uma boa interação entre a CTMP e o LDPE. As propriedades mecânicas do compósito LDPE/HIPS/CTMP foram boas com o uso do MAH-SEBS em função da melhor adesão entre as fibras e a matriz polimérica, e também devido à melhor dispersão alcançada.

Estudos reológicos têm sido conduzidos com o intuito de avaliar principalmente as condições de processamento dos compósitos quando reforçados com fibras naturais. MAITI et al., 1989, estudaram as propriedades reológicas do fundido dos compósitos de polipropileno carregado com pó de madeira em diversas concentrações. Usaram um reômetro capilar tipo pistão para obter os dados da taxa de cisalhamento em função da tensão de cisalhamento, os parâmetros de elasticidade do fundido em várias concentrações de carga e em diversas temperaturas. Concluíram que a natureza do fundido foi pseudoplástica, com o expoente da Lei da Potência variando de 0,3 à 0,5.

BASU et al., 1992, estudaram as propriedades reológicas do fundido de compósitos de polipropileno isotático carregado com juta e fibra de vidro, nas proporções de 5 e 20% de fibra. Observaram o comportamento pseudoplástico do fundido de ambos os compósitos, sendo os compósitos com fibra de vidro mais pseudoplásticos do que os de juta. Em algumas temperaturas, a viscosidade do fundido aumentou com o conteúdo



de fibra e decresceu com o aumento da taxa de cisalhamento, tornando-se quase iguais em altas taxas de cisalhamento. Esta similaridade nos valores da viscosidade em altas taxas de cisalhamento, para termoplásticos carregados e não-carregados, é um importante fator na aplicação desses materiais no processo de injeção.

O número de trabalhos que tratam das propriedades de compósitos com matrizes borrachosas reforçados por fibras naturais é bem menor do que os encontrados para matrizes termoplásticas ou termorrígidas. Mesmo assim, alguns trabalhos nesta linha são encontrados na literatura. ARUMUGAM et al., 1989, estudaram o uso de fibras de côco como reforço em diferentes formulações de borracha. Foram usadas fibras tratadas e não-tratadas, cujo tratamento consistiu na imersão das fibras em uma solução aquosa à 10% de NaOH, aquecida por 3-4 horas entre 100-150 °C. Os resultados mostraram que o tratamento alcalino das fibras, provocou melhora nas propriedades físicas destes compósitos e que as fibras atuaram como reforço em teores superiores a 10 phr (v/v). O agente de acoplamento resorcinol-formaldeído, proporcionou boa adesão e a resistência ao envelhecimento dos compósitos foi excelente para um conteúdo de carga de 30 phr com agentes de acoplamento.

GEETHAMMA et al., 1995, estudaram a utilização da fibra de côco como reforço em borracha natural, observando-se o efeito do comprimento de fibra, orientação e tratamento alcalino. As fibras foram picadas em diversos tamanhos, sendo utilizadas sem tratamento e tratadas com uma solução de hidróxido de sódio a 5%, pelos períodos de tempo de 4, 24, 48 e 72 horas. Concluíram que as propriedades mecânicas dos compósitos com as fibras na direção longitudinal foram superiores àquelas da direção transversal, com o comprimento ótimo da fibra em torno de 10 mm. O tratamento com hidróxido de sódio melhorou a adesão entre as fibras e a matriz, apresentando as

melhores propriedades mecânicas com as fibras tratadas por 48 horas. Os tratamentos longos promoveram a retirada <sup>excessiva</sup> de lignina e hemicelulose da superfície das fibras, fragilizando-as.

As matrizes termorrígidas são de extrema importância no estudos dos compósitos. São utilizadas em aplicações estruturais quando reforçadas com fibras sintéticas e foram as primeiras matrizes a serem reforçadas com fibras naturais visando a substituição das fibras sintéticas. Os resultados obtidos são promissores.

O poliéster é uma das matrizes termorrígidas mais consumidas industrialmente, sendo por isso objeto de diversos trabalhos com fibras naturais. CHAWLA et al., 1978, fizeram um estudo comparativo das propriedades mecânicas entre os compósitos poliéster-sisal e os compósitos empregando fibra de vidro, carbono e kevlar-29 como reforço. Os autores concluíram que o módulo de elasticidade e a tensão na ruptura aumentaram com o acréscimo da fração volumétrica das fibras. O sisal mostrou-se promissor como reforço de resinas em função do baixo preço e propriedades específicas, mas devido a uma interface fraca, as propriedades mecânicas apresentaram limitações.

PRASAD et al., 1983, estudaram o efeito de um tratamento alcalino nas fibras em compósitos poliéster/fibra de côco. O tratamento superficial foi realizado à temperatura ambiente por imersão das fibras em uma solução de NaOH à 5% por períodos de 24, 48, 72 e 96 horas. Os tratamentos resultaram em modificações na superfície das fibras, aumentando a molhabilidade, facilitando o processamento e prevenindo a flotação e segregação das fibras. Os tratamentos por 72 e 96 horas resultaram em 10% e 15% de aumento na resistência tênsil, 40% de aumento no módulo e 90% de aumento na resistência de ligação da matriz. Os testes de flexão e impacto resultaram em valores 40% mais altos com as fibras tratadas. Esse bom desempenho dos

compósitos com fibras tratadas foi atribuído à diversos fatores: o tratamento alcalino provocou uma diminuição no diâmetro das fibras, aumentando sua área específica e, conseqüentemente, produzindo maior interação matriz-fibra; a retirada de partículas globulares da superfície das fibras tornaram-nas mais rugosas, facilitando o agarramento mecânico e, finalmente, a retirada de ceras facilitou o molhamento das fibras pela matriz.

CLARK & ANSELL, 1986, produziram por hand lay-up, laminados híbridos com juta e fibra de vidro empregando o poliéster como matriz. Fizeram laminados em diversas formas de construção e avaliaram suas propriedades mecânicas, resistência às intempéries e custo final do produto. Concluíram que os laminados híbridos possuem boa resistência ao impacto e a resistência à fratura máxima foi alcançada com a juta entre duas camadas de fibra de vidro.

SRIDHAR et al., 1984, estudaram as propriedades tênses, flexão e impacto de compósitos poliéster/juta uni e bidirecionais, compósitos híbridos poliéster/juta/fibra de vidro e o tratamento superficial das fibras através do recobrimento com lignina. Os resultados indicaram que o tratamento superficial com lignina diminuiu o consumo de resina e não afetou as propriedades tênses e de flexão. Os reforços uni e bidirecionais aumentaram a resistência tênsil das resinas 3 e 1,5 vezes, respectivamente, enquanto o módulo de Young não foi suficientemente alto para aplicações estruturais. Os compósitos híbridos apresentaram boas propriedades mecânicas e o custo em torno de um terço dos compósitos de fibra de vidro.

SEMSARZADEH & AMIRI, 1989, estudaram o sistema poliéster/tecido de juta e os efeitos do pré-tratamento da juta com tetrahydrofurano, poli(acetato de vinila) e ácido acrílico nas propriedades de tração e impacto, absorção de água e reações químicas ocorridas nestes sistemas. Os compósitos com juta tratada com tetrahydrofurano

apresentaram queda na resistência ao impacto e alta absorção de água; a aplicação do PVAc indicou uma melhora limitada nas propriedades mecânicas e na absorção de água, enquanto elevadas propriedades mecânicas e baixa absorção de água foram obtidas para os compósitos de fibras tratadas com ácido acrílico..

SATYANARAYANA et al., 1986, estudaram a utilização de fibras de côco, banana e algodão na produção de compósitos com matriz poliéster, observando as propriedades mecânicas e resistência ao intemperismo. A partir dos dados obtidos os autores forneceram diversos exemplos de bens de consumo que foram produzidos com essas fibras. Concluíram que, embora possuam comparável rigidez específica, esses compósitos apresentam propriedades inferiores às dos compósitos de fibra de vidro, o que foi atribuído à fraca adesão entre as fibras e a matriz. A sua exposição às intempéries por períodos de 6 meses indicou que esses compósitos podem ser usados na fabricação de peças de exigência tênsil limitada.

RABELLO et al., 1991, estudaram compósitos poliéster-sisal, fazendo tratamentos superficiais nas fibras com poliestireno, peróxido de benzoíla, poli(álcool vinílico) e agente silano. Observaram um discreto aumento nas propriedades mecânicas com os tratamentos e determinaram que esta melhora foi limitada pela adesão na interface matriz-fibra. Foram produzidas mantas com fibras de vidro e sisal picotadas e prensadas juntas, usadas na fabricação dos compósitos híbridos poliéster-sisal-fibra de vidro, nos quais as propriedades mecânicas sofreram melhoras significativas, o que foi atribuído à boa adesão entre a matriz e a fibra de vidro.

MENDES, 1992, estudou as propriedades tênsis e a resistência ao impacto de compósitos poliéster-sisal, comparando-os com as de poliéster/fibras de vidro. Concluiu que as fibras de sisal dispostas aleatoriamente nesse compósito, diminuíram a resistência à

tração e aumentaram a resistência ao impacto, que a interface fibra-matriz apresentou baixa adesão, e sugeriu que estudos fossem realizados para minimizar esta deficiência.

ARRUDA, 1994, estudou as propriedades mecânicas de compósitos poliéster-juta, na forma de tecidos e fios contínuos, e do efeito de tratamentos superficiais nas fibras com hipoclorito de sódio e agente de acoplamento silano. Concluiu que leves aumentos nas propriedades mecânicas dos compósitos foram obtidos para as fibras tratadas por 3 horas com hipoclorito de sódio enquanto que tratamentos mais longos (20 horas), causaram empobrecimento destas propriedades. O módulo de elasticidade e a resistência mecânica, aumentaram com o acréscimo da fração volumétrica das fibras brutas.

Outras matrizes termorrígidas como as resinas epoxi e fenólica apresentam estudos bastante interessantes envolvendo a utilização das fibras naturais como reforço. MCLAUGHLIN, 1980, estudou o aumento da densidade de compensados pela elevação da pressão final aplicada durante sua produção. Foi estudado o reforço da resina fenol-fomaldeído com frações volumétricas de 80% e 90% de fibra de bagaço de cana. Concluíram que a resistência à tração e o módulo de Young aumentavam exponencialmente com o aumento da densidade, deduzindo a partir dessas observações uma relação geral relacionando a resistência tênsil em função do módulo de Young.

SHAH & LAKKAD, 1981, pesquisaram as propriedades mecânicas de compósitos à base de poliéster e epoxi reforçados unidirecionalmente com fibras de juta e vidro, e compósitos híbridos de juta/fibra de vidro. Os resultados mostraram que as fibras de juta podem ser usadas como reforço em aplicações onde a resistência e módulo requeridos dos compósitos não sejam muito elevados. A fibra de juta consome muita

resina, e este problema foi parcialmente resolvido com a produção de compósitos híbridos.

PAL, 1984, estudou as possibilidades de se empregar a juta como reforço na produção de compósitos de baixo custo, empregando resinas poliéster, epoxi e fenólica como matrizes. Concluiu que as fibras de juta podem substituir as fibras de vidro em aplicações onde as propriedades mecânicas e resistência às intempéries não são muito exigidas, sendo necessários estudos no sentido de melhorar a adesão fibra- matriz.

## 4.0 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais e métodos empregados neste trabalho, serão descritos neste capítulo. Inicialmente será feita uma breve introdução sobre as fibras e a matriz utilizadas e, posteriormente, os tratamentos superficiais e os métodos empregados na caracterização dos compósitos investigados serão detalhados.

### 4.1 MATERIAIS

#### 4.1.1 Fibras Naturais

As fibras naturais são aquelas encontradas na natureza e utilizadas in natura ou após processamento.

As fibras naturais se classificam em:

- a ) Fibras de origem mineral - ex: asbestos
- b ) Fibras de origem animal - ex: seda, lã
- c ) Fibras de origem vegetal - ex: sisal, rami

As fibras de origem vegetal, são bastante estudadas em razão da grande diversidade da nossa flora e por serem uma fonte de recursos naturais renováveis (MORASSI, 1994)

As fibras vegetais são classificadas em:

- a ) Fibras de semente - ex: algodão
- b ) Fibras de caule - ex: juta, rami, linho, kenaf
- c ) Fibras de folhas - ex: abacá, bananeira, sisal, henequém, piaçava
- d ) Fibras de fruto - ex: côco
- e ) Fibras de raiz - ex: zacatão

Neste trabalho, as fibras de juta foram utilizadas como reforço numa matriz poliéster.

#### 4.1.1.1 Fibra de Juta

As fibras de juta são extraídas de dois tipos básicos de plantas. A “*Corchorus Capsularis*” cultivadas em áreas de inundação e o “*Corchorus Olitorius*” de cultivo em zonas altas. A juta é a segunda fibra natural mais consumida no mundo, enquanto as de algodão ocupam o primeiro lugar. As principais aplicações da juta são: na produção de sacos, barbantes, esteiras e produtos afins (MORASSI, 1994).

As fibras naturais como linho, rami e a juta são consideradas fibras celulósicas duras por causa do alto módulo tênsil e baixa alongação na ruptura (KARMAKER & HINRICHSEN, 1991; IDRIS ALI et al., 1994). A juta é a mais rígida de todas as fibras (PAL, 1984) apresentando o módulo específico de  $43 \text{ GNm}^{-2}$  e a resistência específica de  $340 \text{ MNm}^{-2}$  (CLARK & ANSELL, 1986), sendo juta é composta por 60% de celulose, 23% de hemicelulose, 14% de lignina e 3% de outras substâncias, como cêra e proteína (PAL, 1984; KARMAKER & HINRICHSEN, 1991). A Tabela 01, apresenta algumas outras propriedades da juta (ARRUDA, 1994).



**Tabela 01 - Propriedades das fibras de juta**

Diâmetro das Fibras	Aproximadamente 25 microns
Densidade	1,5 g/cm <sup>3</sup>
Comportamento com ácidos e lixívias	Até 35% do peso seco. Em clima normal absorve 12,5 a 14%
Cor	Cinza para marrom-avermelhado
Superfície das fibras	Lisa

A juta empregada foi o tecido com classificação 2J, fornecido pela Yolanda S.A. Trata-se de um tecido empregado em sacaria, obtido pela urdidura e trama de fios de 1,5mm de espessura em média, malha relativamente estreita e peso teórico 340g/m<sup>2</sup>.

A convenção adotada neste trabalho foi a seguinte:

- a) Fibra Bruta: fibra empregada na forma que foi recebida da indústria;
- b) Fibra Lavada: fibra que foi submetida à duas pré-lavagens distintas, a) com uma solução de NaOH e b) com detergente;
- c) Fibra Tratada: fibra bruta ou lavada que recebeu a aplicação dos tratamentos superficiais.

Em todos os casos, as fibras brutas e as lavadas foram sujeitas a tratamentos superficiais, incorporadas à matriz poliéster, as propriedades mecânicas dos compósitos determinadas e os dados obtidos comparados.

#### 4.1.2 Poliéster

Os poliésteres são resinas que possuem grupos éster como elementos fundamentais em suas cadeias moleculares. Resultam da reação de condensação de um diálcool com um diácido, e dependendo do tipo do ácido empregado, o poliéster pode ser saturado (termoplástico) ou insaturado (termofixo), (BLASS, 1988).

Os poliésteres saturados têm moléculas longas e lineares, e não são sujeitos à reações de reticulação, podendo ser encontrados em formas de fibras e de filmes. As fibras apresentam extraordinária resistência mecânica e ao amassamento, enquanto que os filmes são uma das películas mais resistentes que se conhece (BLASS, 1988). Também se encontram nessa classificação as resinas alquídicas, que são usadas para revestimento e compostos de moldagem. As resinas são obtidas a partir do ácido ortoftálico, podendo apresentar-se como termoplásticos ou termofixos. Estes poliésteres encontram grande aplicação nas indústrias de tintas e vernizes.

Os poliésteres insaturados obtidos a partir de ácidos insaturados (ácido málico e fumárico), são distribuídos como resinas líquidas (pré-polímeros) que em reações posteriores polimerizam e geralmente levam à polímeros termofixos.

Os poliésteres insaturados obtidos a partir de álcoois insaturados (álcool alílico), são termofixos não cristalinos e transparentes, resistente à abrasão, apresentando pouca contração após a cura.

Foi utilizado como matriz a resina poliéster ortoftálica fornecida pela Produtos Químicos Elekeiroz S.A., sob o código UC 3620. É uma resina de aplicações gerais, reticulada por estireno com um sistema catalizador à base de peróxido e octoato de

cobalto como acelerador. As propriedades desta resina poliéster, antes da cura, são as seguintes vistas na tabela abaixo:

**Tabela 02 - Propriedades da resina UC 3620**

Aparência ( visual )	Líquido âmbar fosco
Viscosidade Brookfield, 20 <sup>o</sup> C, cps	300 - 400
Peso Específico, 20 <sup>o</sup> C, g/cm <sup>3</sup>	1,10
Índice de Acidez, mg KOH/g	25 ± 5
Índice de Tixotropia	1,20
Tempo de Gel, segundos (*)	900 a 1200

\* Tempo de gel a 25<sup>o</sup>C, com 1% de peróxido de MEK.

#### 4.1.3 Uretano e Isocianato

Os poliuretanos resultam da reação de um diisocianato com um composto rico em hidroxilas. Os diisocianatos usados na preparação dos poliuretanos são geralmente do tipo aromático, sendo o mais comum deles os isômeros 2,4 e 2,6-diisocianato de tolileno (TDI). O 4,4 - diisocianato de difenilmetano (MDI) também é usado em menor escala (MILES, 1975; MANO, 1985).

O grupo funcional isocianato é extremamente reativo, podendo reagir com: a) água (MILES, 1975; BRYDSON, 1982) gerando amina e dióxido de carbono; b) compostos hidroxilados gerando uretanos; c) amina levando à formação de uréia substituída; ou d) ácido formando amidas.

No presente trabalho, utilizaram-se um poliol e um pré-polímero com grupos funcionais isocianato fornecidos pela Produtos Químicos do Nordeste S.A. - PROQUINOR.

O poliol, de nome comercial GARACIN, é baseado em óleo de rícino e possui três grupos hidroxilas, que reagem com di ou poli-isocianatos para formar ligações cruzadas nos sistemas de poliuretano. Os polióis derivados de óleo de rícino, com várias funcionalidades, são indicados para o uso em reações de uretano. Estes polióis diferem quimicamente dos polióis poliésteres. Eles possuem menos grupos ésteres e não têm ligações éter, encontradas no poliéster, sendo mais estáveis à hidrólise do que os outros polióis.

O pré-polímero com grupos isocianato e o poliol empregados, possuem as seguintes características:

- Poliol: éster do ácido ricinoleico

Índice de hidroxila	- 230/235
Insaturação	- 75/85
Acidez	- 1,0/1,5
Umidade	- 0,05 %
Viscosidade (2S)	- 75 CPS

- Isocianato: óleo de mamona pré-polimerizado e com grupos terminais TDI (80/20)

Viscosidade (2S)	- 3000 CPS
% de NCO livre	- 15 %

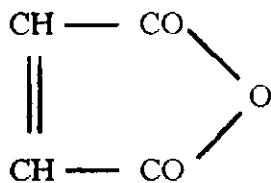
Na reação para obtenção do poliuretano seguiu-se as instruções do fabricante e efetuou-se uma mistura de 1,1 partes de isocianato e 1,0 parte de poliál.

#### 4.1.4 Anidrido Maleico

O anidrido maleico é uma substância gerada pela reação de desidratação do ácido maleico. O anidrido utilizado foi fornecido pela Produtos Químicos Elekeiroz S.A., e suas propriedades físicas são:

- Peso molecular	: 98,06 g/mol
- Forma	: cristalino
- Densidade	: 1,5 g/cm <sup>3</sup>
- Ponto de Fusão	: 57 - 60°C
- Ponto de Ebulição	: 202°C
- Solubilidade em 100 partes de H <sub>2</sub> O	: 16,3

A estrutura do anidrido maleico é a seguinte: [ ( CHCO )<sub>2</sub> ] O

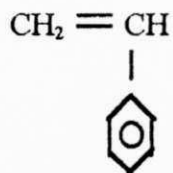


#### 4.1.5 Estireno

Empregou-se o monômero de estireno fornecido pela Estireno do Nordeste S.A.

- EDN, que foi utilizado como recebido. A estrutura do monômero está representada

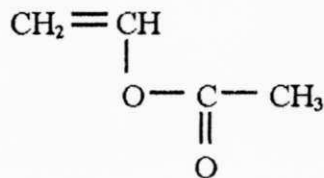
abaixo:  $\text{CH}_2 = \text{CHC}_6\text{H}_5$



#### 4.1.6 Poli(acetato de vinila)

O poli(acetato de vinila) empregado foi a cola TENAZ, que tem esse polímero

como constituinte básico. Sua estrutura:  $\text{H}_2\text{C} = \text{CHOAc}$



## 4.2 MÉTODOS

### 4.2.1 Preparação e Tratamentos Superficiais dos Tecidos de Juta

Os tecidos de juta foram cortados nas dimensões do molde de borracha (18x15 cm), secos e pesados antes de receberem os tratamentos superficiais. Para se efetuar a lavagem das fibras, cortou-se a tela de juta com o tamanho de 22x22 cm, sendo que após o término da lavagem e posterior secagem, estas tinham suas extremidades aparadas até adquirir as dimensões do molde.

#### 4.2.1.1 Tratamento das Fibras com Isocianato e Uretano

A metodologia empregada para a aplicação do isocianato e poliuretano foi a mesma. As fibras brutas e lavadas, após o corte, secagem e pesagem recebiam a aplicação dessas duas substâncias.

O isocianato e o poliuretano foram dissolvidos em monômero de estireno para diminuir a viscosidade e facilitar sua aplicação nas fibras. Essa solução era preparada em um becker e aplicada manualmente com um pincel de 1/2", que absorvia pequenas quantidades dessa solução, permitindo um molhamento uniforme sobre toda a superfície do tecido de juta. A quantidade de solução aplicada em cada tela era então determinada.

O poliuretano e o isocianato foram empregados nas proporções de 5, 10, 20 e 35% em volume sobre o peso das fibras. Essas quantidades foram determinadas experimentalmente, de forma a se utilizar quantidades mínimas de isocianato e uretano, e

também com o objetivo de se trabalhar com um volume de solução que não encharcasse os tecidos de juta. A expressão abaixo foi utilizada para se determinar os volumes de isocianato e poliuretano, e também o volume do solvente empregados no preparo das soluções:

$$V = K \times P,$$

onde:

V = volume do isocianato, uretano e solvente;

P = peso das fibras;

K = constante, cujos valores correspondem às proporções do isocianato, uretano e do solvente, tomados em relação ao peso de cada tecido de juta a ser tratado.

A Tabela 03, mostra os valores de K para os diversos teores de tratamento e a relação entre os agentes de acoplamento e o solvente.

**Tabela 03 - Valores da constante K**

Teor do Agente de Acoplamento (%)	K		Proporção Agente de Acoplamento/ Solvente
	Agente de Acoplamento	Solvente	
35	0,35	0,35	1:1
20	0,20	0,20	1:1
10	0,10	0,20	1:2
5	0,05	0,30	1:3



Quando se empregou 5 e 10% de isocianato e uretano, foi necessário aumentar a quantidade de solvente para se conseguir um volume de solução suficiente para molhar completamente o tecido de juta.

Após a aplicação do agente de acoplamento, os tecidos de juta eram colocados em uma estufa, à 70<sup>o</sup>C, para secagem, por duas horas e posteriormente pesados. Os tecidos só foram levados para a produção dos laminados 48 horas após o tratamento, garantindo-se dessa forma uma perfeita secagem das fibras.

#### **4.2.1.2 Tratamento com Anidrido Maleico**

No uso do anidrido maleico, as fibras brutas e lavadas, após o corte, secagem e pesagem recebiam a aplicação de uma solução de anidrido maleico. Para cada tecido de juta foi empregada uma solução a 2%, na qual 0,5g de anidrido maleico era dissolvido em 25 ml de água destilada aquecida à 60<sup>o</sup>C, para facilitar a dissolução. A solução foi aplicada às fibras com um pincel.

Antes de colocar os tecidos na estufa, foi necessário retirar o excesso de solução aplicada. Os tecidos foram secos em estufa a 70<sup>o</sup>C por 1 hora, pesados e os laminados foram produzidos 48 horas após a secagem das fibras tratadas.

#### **4.2.1.3 Tratamento com Poli(acetato de vinila) - PVAc**

Análogo aos dois processos anteriores, às fibras brutas e lavadas foi aplicada uma solução aquosa de PVAc. As quantidades foram de 10 e 20% sobre o peso das

fibras. Para cada tecido de juta empregou-se 25 e 15 ml de água destilada para os teores de 20 e 10% de PVAc, respectivamente.

A solução de PVAc foi aplicada aos tecidos de juta com o auxílio de um pincel, sendo estas então levadas para secar em estufa, à 70<sup>o</sup>C por 1 hora. Após 48 horas do término do tratamento, as fibras estavam prontas para a produção dos laminados.

#### **4.2.1.4 Pré-lavagem com Hidróxido de Sódio - ( NaOH )**

As fibras foram colocadas em solução de hidróxido de sódio à 5%, permanecendo em repouso por períodos de 24, 48, 72 e 96 horas na temperatura ambiente. Para cada tecido de 22x22 cm foi empregado 250 ml de solução.

Terminado os períodos de imersão na solução de NaOH, as fibras foram lavadas em água corrente e depois em uma solução de ácido clorídrico, para eliminar o hidróxido de sódio que possa ter ficado retido nas fibras. Em seguida, as fibras foram secas em estufa, à 70<sup>o</sup>C por 1 hora, e passado um período de 48 horas, foram levadas para a produção dos laminados ou recebiam a aplicação dos tratamentos superficiais.

#### **4.2.1.5 Pré-lavagem com Detergente Neutro**

Os tecidos de juta cortados foram lavados em uma solução de 2,5 litros de água com 100 ml de detergente (minerva líquido), por períodos de 15 e 60 minutos, a temperatura de 70<sup>o</sup>C. Em cada solução foram lavados 12 tecidos com 22x22 cm.

Encerrada a pré-lavagem, as fibras foram lavadas em água corrente para eliminar o detergente. Em seguida as fibras eram secas em estufa a 70°C por 1 hora, sendo cortadas e pesadas, e 48 horas depois estavam prontas para a laminação ou recebimento dos tratamentos superficiais. O resumo dos tratamentos superficiais e pré-lavagem é mostrado nas Tabelas 04 e 05.

**Tabela 04 - Tratamentos superficiais: teores dos tratamentos e solventes empregados**

Tipo de Tratamento	Teor de Tratamento	Tipo de solvente
Isocianato	5, 10, 20, 35%	Estireno
Uretano	5, 10, 20, 35%	Estireno
PVAc	10, 20%	Água Destilada
Anidrido Maleico	2%	Água Destilada

**Tabela 05 - Substâncias empregadas na pré-lavagem**

Tipo de Pré-lavagem	Tipo de Solução	Temperatura	Número de Tecidos Pré-lavados
NaOH	250ml de H <sub>2</sub> O/12,5g de NaOH	Ambiente	1 Tecido
Detergente	2,5l de H <sub>2</sub> O/100ml de detergente	70 °C	12 Tecidos

#### 4.2.2 Matrizes Mistas

Em estudo preliminar, foram produzidos laminados empregando dois tipos de matrizes mistas: a) poliéster/isocianato e b) poliéster/uretano. Nestes casos, o uretano ou

isocianato eram adicionados ao sistema poliéster/estireno (20%) até se obter uma mistura homogênea. Após esta etapa o sistema catalizador de cura era adicionado e a mistura utilizada na confecção dos laminados. Em todos os casos, o volume de isocianato e uretano correspondia a 10% sobre o peso da resina. Somente fibras brutas foram utilizadas na confecção destes laminados.

#### 4.2.3 Preparação dos Laminados

Os laminados foram produzidos a partir de um molde de borracha de 18x15x0,3 cm, colocado entre duas placas de vidro.

O procedimento consistiu em passar silicone nas placas de vidro para se formar um filme em toda a superfície, cobrindo-as em seguida com papel celofane que atuava como desmoldante.

O poliéster foi diluído com estireno (20% em peso) para diminuir a viscosidade, facilitar o molhamento das fibras e evitar a formação de bolhas no laminado. Terminada a diluição, foi acrescentado 0,3% de acelerador (octoato de cobalto) e 1% de iniciador (butanox) sobre o peso da resina, para se promover a cura.

Tomou-se uma das placas de vidro preparada e sobre esta colocou-se o molde de borracha. Empregando-se a técnica de processamento hand lay-up, o laminado foi produzido e o molde foi coberto com uma segunda placa de vidro. Colocou-se um peso sobre a placa de vidro para expulsar o excesso de resina e manter o laminado com uma espessura homogênea. O peso era mantido por 24 horas sobre o laminado, período após o qual era efetuada a desmoldagem. Foram produzidos laminados com 1 e 2 camadas de

tecido de juta. Corpos de prova só eram usinados 48 horas após a desmoldagem dos laminados.

#### 4.2.4 Preparação dos Corpos de Prova

Os corpos de prova na forma de gravata foram marcados nos laminados e cortados com o uso de uma serra. Após o corte, os corpos de prova eram esmerilhados e o acabamento dado com lixas nº 100 e nº180. Deste modo, corpos de prova para ensaios de tração e flexão segundo as normas ASTM D-638 e D-790, respectivamente, foram obtidos.

#### 4.2.5 Ensaios Mecânicos

Os testes de tração e flexão foram realizados em uma máquina universal de ensaios TESTOMETRIC MICRO 350, segundo as normas ASTM D-638 e ASTM D-790 para os ensaios de tração e flexão, respectivamente. Foram empregados 6 corpos de prova para cada laminado produzido.

Os corpos de prova empregados nos ensaios de tração apresentavam as seguintes dimensões: 155x20x3 mm, com comprimento útil de 11 mm. O teste foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/min.

Para os ensaios de flexão foram utilizados corpos de prova com 85x10x3mm, com a distância entre os suportes de 64 mm, e a velocidade de ensaio de 1.7 mm/min.

## 5.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 INTRODUÇÃO

Uma vez que foram vários os tipos e teores de tratamentos superficiais empregados, para facilitar a leitura, compreensão do texto e análise dos resultados, os dados serão apresentados e discutidos, na seguinte ordem:

- a) teor de juta e de tratamentos superficiais no reforço - um estudo preliminar;
- b) tipo e teor de tratamentos superficiais no tecido de juta;
- c) pré-lavagem da juta;
- d) tratamentos superficiais no tecido de juta pré-lavado;
- e) modificação da matriz poliéster.

Em cada um dos estudos acima, foram determinadas a tensão de ruptura, o módulo de Young, a deformação na ruptura e o módulo em flexão dos compósitos. Os valores médios e desvios-padrão dessas propriedades estão reportados nas Tabelas 01 à 09 (Anexo 01). Visando facilitar a comparação dos resultados, no decorrer do texto os dados serão apresentados na forma gráfica.

## 5.2 EFEITO DO TEOR DE JUTA E DE TRATAMENTOS SUPERFICIAIS - UM ESTUDO PRELIMINAR

Inicialmente, fez-se um estudo preliminar onde as propriedades mecânicas da matriz poliéster e de compósitos poliéster/juta com 1 e 2 camadas de tecido foram determinadas. Investigou-se também o efeito de tratamentos superficiais no tecido, a um teor fixo, nestas mesmas propriedades. Os resultados estão apresentados na Tabela 01 (Anexo 01) e ilustrados nas Figuras 6A a 6D. Em todos os casos, o ponto inicial no eixo das abscissas representa a propriedade mecânica do poliéster puro (i.e., sem a adição de fibras), tomado como referência para se analisar as alterações produzidas pela introdução dos tecidos e dos tratamentos superficiais nesta matriz.

Fica evidenciado que a introdução do tecido de juta na matriz poliéster provoca decréscimo na resistência à tração (Figura 6A) e na deformação na ruptura (Figura 6C) e aumento nos módulos elásticos em tração (Figura 6B) e em flexão (Figura 6D). O mesmo tipo de comportamento foi reportado por (ARRUDA, 1994) que atribuiu o decréscimo na resistência dos compósitos tanto à má adesão fibra/matriz, quanto ao fato do reforço estar na forma de tecido tramado onde a presença de fibras transversais à aplicação do esforço agem como concentradoras de tensões, fragilizando o material. Os resultados também indicam que as propriedades mecânicas tendem a aumentar com o teor de juta, o que era esperado visto que a resistência e o módulo das fibras são superiores aos da matriz (D'ALMEIDA, 1987). Os aumentos nos módulos elásticos com a introdução das fibras era esperado, pois estas possuem um elevado módulo e enrijecem a matriz, diminuindo o movimento livre as cadeias poliméricas.

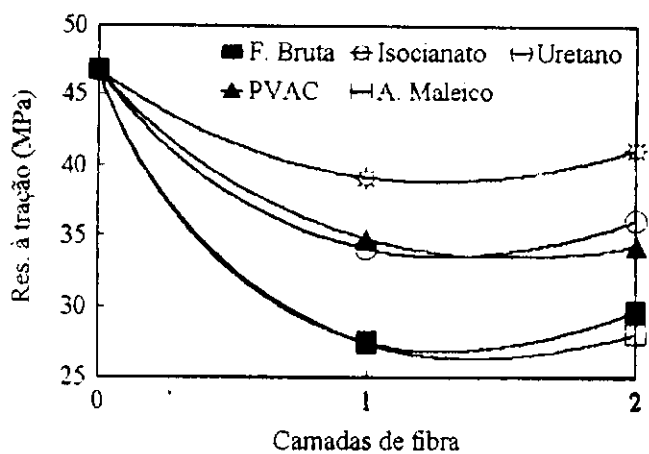


Figura 6a - Resistência à tração x número de camadas de fibra.

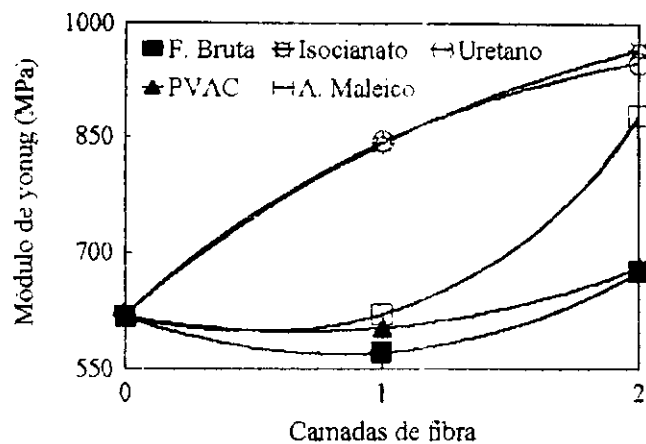


Figura 6b - Módulo de Young x número de camadas de fibra.

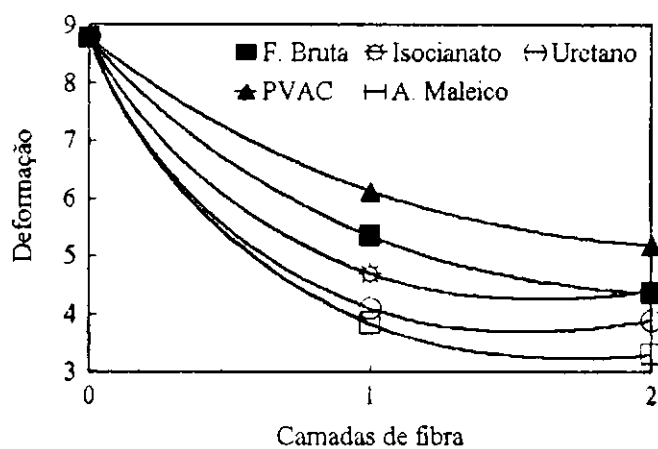


Figura 6c - Deformação x número de camadas de fibra

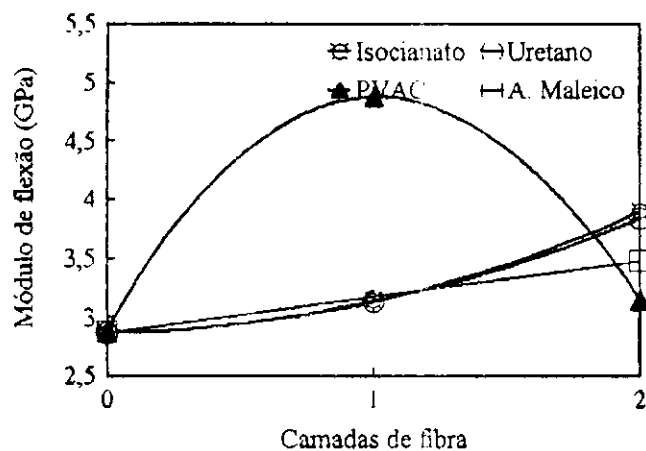


Figura 6d - Módulo de flexão x número de camadas de fibra.

Figura 6 - Efeito do teor de fibra sobre as propriedades mecânicas dos compostos poliéster/juta.



A Figura 6A, mostra que, a um mesmo teor de fibra, houve aumento na resistência à tração dos compósitos com os tratamentos superficiais utilizados, o que indica que estes foram eficientes em promover a adesão no sistema em estudo. Figura 6A, evidencia que, dentre os tratamentos superficiais empregados, a ordem de eficiência foi: isocianato > uretano  $\approx$  PVAc > anidrido maleico, sendo que este último praticamente não alterou o comportamento do compósito em relação ao produzido com fibras brutas.

A Figura 6B, mostra que o módulo de Young (módulo elástico em tração) dos compósitos aumenta com o teor de fibra e com os tratamentos superficiais, sendo este aumento bem mais pronunciado para os compósitos com 2 camadas de fibras. Fica evidenciado que os tratamentos mais eficientes para esta propriedade foram os com isocianato e uretano. Estes resultados são coerentes com os obtidos para o efeito dos tratamentos superficiais na resistência à tração que apresentaram ordem de eficiência de tratamento superficial semelhante.

A Figura 6C, ilustra os efeitos do teor de fibra e dos tratamentos superficiais na deformação na ruptura dos compósitos investigados. Os resultados indicam que, conforme esperado houve diminuição desta propriedade com o teor de fibra e tratamento superficial empregado, sendo a única exceção os dados para os compósitos de fibras tratadas com o PVAc que apresentam deformações na ruptura superiores às dos com fibras brutas. Estes resultados podem ser explicados pelo aumento da rigidez da matriz, provocado pela inclusão das fibras e pela eficácia dos tratamentos superficiais que, em promovendo melhor adesão, causam maior rigidez do sistema e por conseguinte menor alongamento na ruptura. O aumento desta propriedade para os compósitos de fibras tratadas com PVAc pode ser explicado pelo baixo peso molecular deste aditivo, conferindo um leve aumento na deformação final do compósito. A redução no

alongamento na ruptura dos compósitos investigados mostra que os tratamentos mais eficazes para esta propriedade foram os com anidrido maleico, isocianato e uretano.

A Figura 6D, ilustra o efeito da adição de fibras e de tratamentos superficiais no reforço no módulo de flexão dos compósitos investigados. Nota-se que, conforme esperado, o módulo aumentou com o teor de fibra e com os tratamentos superficiais adotados. O único resultado anômalo foi o obtido para o tratamento com PVAc e com 1 camada de fibra, onde o módulo aumentou muito em relação aos outros tratamentos e diminuiu acentuadamente para os compósitos com 2 camadas de fibra. As razões para este comportamento não são claras e necessitam uma investigação posterior mais detalhada. Apesar deste resultado, nota-se que os tratamentos mais eficientes foram aqueles com uretano e isocianato, o que está de acordo com os resultados obtidos para as outras propriedades mecânicas.

### 5.3 TIPO E TEOR DOS TRATAMENTOS SUPERFICIAIS NO TECIDO DE JUTA

Considerando os resultados obtidos no estudo preliminar anteriormente descrito, onde ficou evidenciado que os tratamentos superficiais utilizados promoveram melhoria nas propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, decidiu-se investigar o efeito do tipo e teor destes tratamentos naquelas propriedades. Empregaram-se quatro substâncias em diversos teores, a saber: isocianato, uretano, PVAc e anidrido maleico. O grau de adesão entre as fases, em função do tipo e teor de tratamento empregado foi monitorado por análise microscópica das superfícies de fratura de corpos de prova

sujeitos a ensaios de tração. A seguir, serão apresentados os resultados obtidos para cada tipo e teor de tratamento investigado.

### 5.3.1 Isocianato

O isocianato foi utilizado nos teores de 5, 10, 20 e 35 % sobre o peso das fibras. A Tabela 02 (Anexo 01) mostra as propriedades mecânicas dos compósitos produzidos em função do teor de fibra e de tratamento superficial com isocianato. Os resultados obtidos estão ilustrados nas Figuras 7A a 7D. Em todos estes gráficos, os pontos iniciais (teor de tratamento 0%) referem-se aos dados dos compósitos com fibra bruta sem tratamento.

Os resultados indicam, como previsto, que a resistência à tração e os módulos elásticos em tração e em flexão aumentam com o teor de fibra, enquanto que o alongamento na ruptura diminui e que, em geral, a concentração ótima de isocianato na fibra foi de 10%.

A Figura 7A, mostra que, para compósitos com 1 camada de fibra, melhores resultados de resistência à tração foram alcançados para teores de isocianato variando de 5 à 10% sobre o peso das fibras e que, para compósitos com duas camadas, teores de até 20 % podem ser utilizados, se bem que estes resultados são praticamente equivalentes aos obtidos para 10% de isocianato. Os resultados indicam que não é interessante aumentar o teor de tratamento superficial das fibras com isocianato para 35 %, haja visto que neste caso, não só há um encarecimento do produto quanto uma queda significativa na resistência à tração do compósito que atinge valores equivalentes aos obtidos com as fibras brutas.

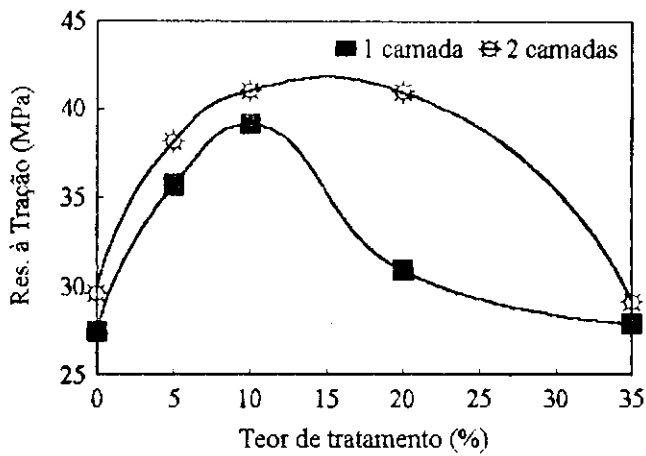


Figura 7a - Resistência à tração x teor de tratamento.

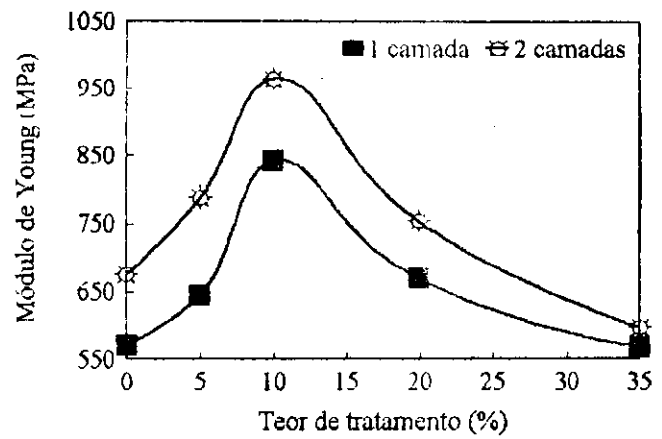


Figura 7b - Módulo de Young x teor de tratamento.

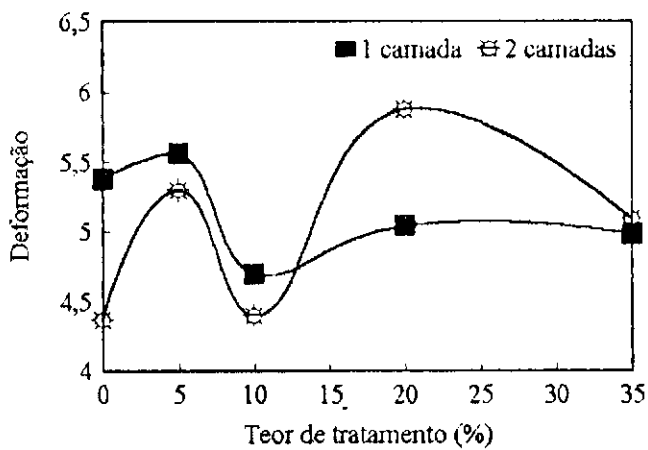


Figura 7c - Deformação x teor de tratamento.

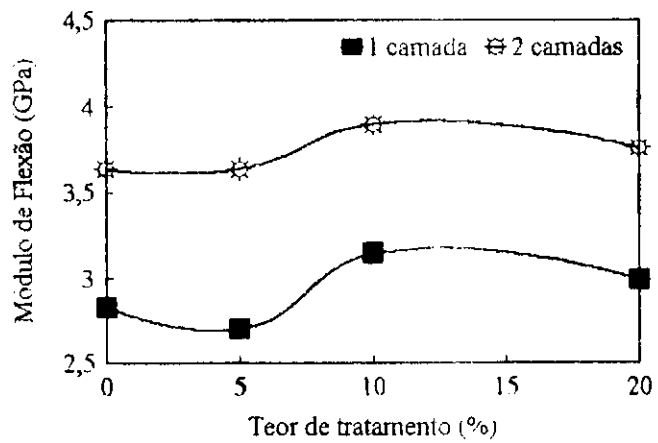


Figura 7d - Módulo de Flexão x teor de tratamento.

Figura 7 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibra tratadas com diferentes teores de isocianato.

A Figura 7B, mostra que o módulo de Young, também aumentou com o teor de fibra e com o tratamento utilizado, sendo os valores ótimos alcançados a teores de isocianato da ordem de 10% em relação ao peso das fibras. Estes resultados corroboram os obtidos para a resistência à tração dos compósitos em função do teor de tratamento utilizado. O tratamento com isocianato provocou o maior aumento, nesta propriedade, com o teor de 10% de isocianato.

A Figura 7C, mostra que o alongamento na ruptura tende a diminuir com o teor de fibra e que esta propriedade é mínima em teores de isocianato de 10%. Pode-se observar que houve oscilação nesta propriedade, porém estamos impossibilitados de explicar adequadamente estas oscilações, haja visto que: a) as variações no alongamento na ruptura em função do teor de fibra e de tratamento superficial empregado foram pequenas, b) que a reprodutibilidade desta propriedade é limitada e fortemente dependente das condições de moldagem e defeitos de fabricação e c) considerando o método de fabricação (hand lay-up) e de teste adotados (sem extensômetro).

A Figura 7D, ilustra o efeito do teor de fibra e de tratamento superficial com isocianato no módulo em flexão dos compósitos investigados. Estes resultados corroboram os anteriores e mostram que há um aumento nesta propriedade com o teor de fibra e que valores ótimos foram obtidos a teores de 10% de isocianato sobre o peso das fibras.

Esperava-se que o tratamento com isocianato promovesse uma melhor adesão fibra/matriz, haja visto que estudos em outros sistemas (RAJ et al., 1989-b; RAJ et al., 1989-a; MALDAS, 1989) apontavam para a capacidade de formação de ligações químicas entre os grupos isocianato e as hidroxilas da celulose e da lignina presentes na juta. Aparentemente isto ocorreu e os resultados evidenciam que melhores propriedades

mecânicas são obtidas com teores de 10% de isocianato sobre o peso da juta. Em elevados teores de isocianato, houve decréscimo nas propriedades, e a razão para isso pode ser atribuída à dificuldades na promoção de uma interface forte, tendo como consequência o escorregamento das fibras na matriz e, portanto, decréscimo na resistência mecânica do compósito. É sabido que com o aumento do teor de agente compatibilizante, a adesão entre os componentes de um compósito é promovida, porém quantidades excessivas de agentes de acoplamento provocam o efeito contrário, promovendo o escorregamento entre as fases (THEOCARIS, 1984; RABELLO, 1989), diminuindo, portanto, as propriedades mecânicas do compósito.

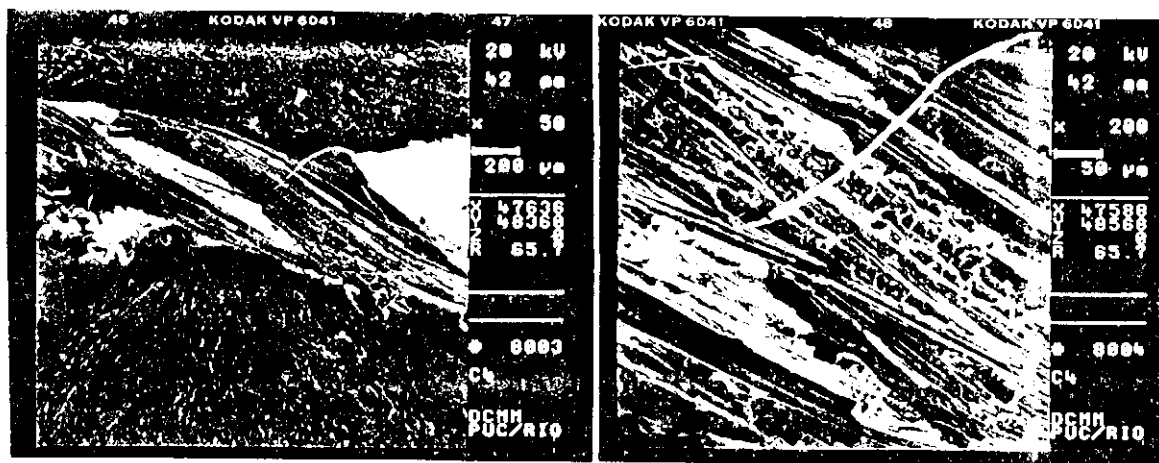
#### 5.3.1.1 Análise Fractográfica

Buscando avaliar as características de adesão em função do teor e tipo de tratamento superficial, fizeram-se micrografias da superfície de fratura de corpos de prova sujeitos a ensaios de tração. De um modo geral, a análise fractográfica mostrou que, para o tratamento com isocianato houve pouca ou nenhuma penetração do isocianato nas mechas de fibras, que o tratamento não foi uniforme, prejudicando a adesão.

Em todas as micrografias apresentadas, a superfície de fratura mostrou uma fibra paralela ao plano de fratura (fibra transversal à direção de aplicação da carga no ensaio de tração), que estava agindo como um ponto de concentração de tensão, fragilizando o material. O comprimento da fibra sacada, de um modo geral foi diminuindo com o decréscimo do teor de isocianato empregado no tratamento superficial, o que indica melhor adesão fibra/matriz, já que quanto menor o comprimento da fibra sacada, melhor

a adesão. Estes resultados estão coerentes com os obtidos para as propriedades mecânicas onde os melhores resultados foram alcançados a baixos teores (10%) de tratamento superficial.

A Figura 8A, mostra o aspecto geral da fratura com uma fibra paralela ocupando toda a extensão do plano de fratura, o que é característico de baixa adesão. Aparentemente, o tratamento ficou apenas superficialmente nas fibras, não penetrando entre as mechas. É mostrado na Figura 8B que onde houve tratamento, ocorreu deformação das fibras. A morfologia dessa amostra parece indicar um tratamento não uniforme.



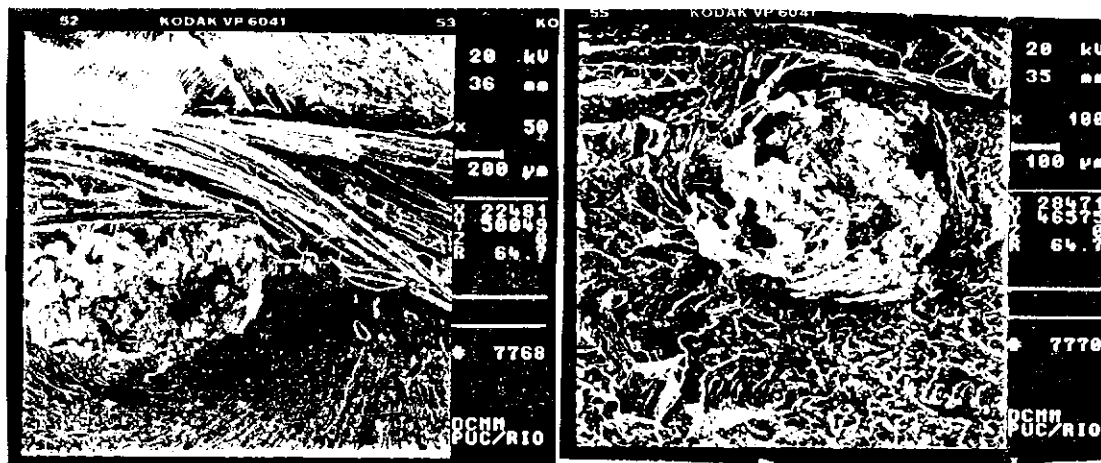
A

B

Figuras 8A e B - Micrografias dos compostos com fibras tratadas com 35% de isocianato.

Na Figura 9A, observa-se a fibra paralela, tratada com 20 % de isocianato, ocupando toda a superfície de fratura e no feixe longitudinal (feixe na direção de

aplicação da carga durante o ensaio de tração), não houve penetração da matriz. A Figura 9B, mostra a interface aberta e o comprimento da fibra sacada é menor do que na amostra anterior.



A

B

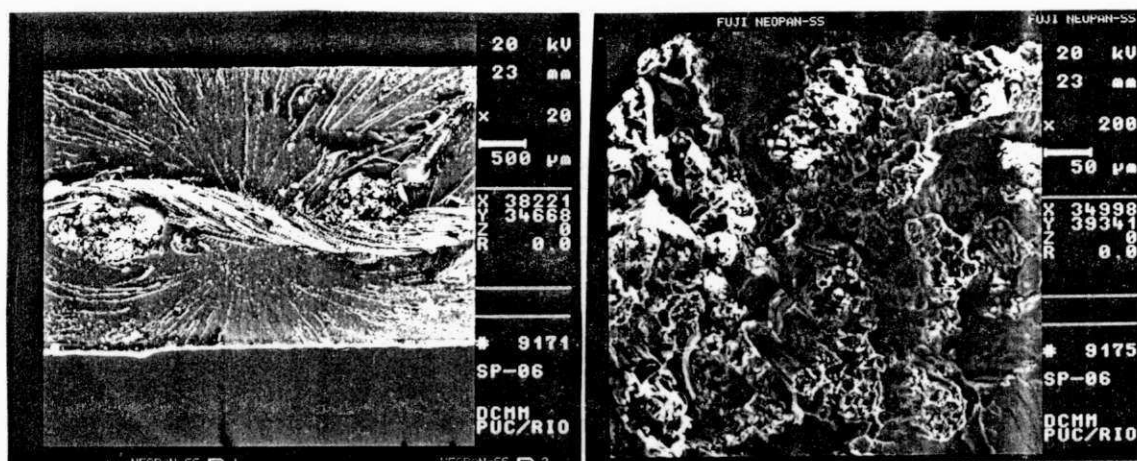
Figuras 9A e B - Micrografias dos compósitos com fibras tratadas com 20% de isocianato

Observa-se na Figura 10A, a extensão de uma fibra paralela, tratada com 10 % de isocianato, em toda a superfície de fratura do compósito, que atua como um ponto de concentração de tensão. A Figura 10B, mostra o aspecto do comprimento da fibra sacada bem pequeno, onde as fibras longitudinais rompem próximas a um mesmo plano, indicando uma melhora na adesão em relação à amostra sem tratamento superficial.

A morfologia dessa amostra, Figura 11A, apresenta o comprimento da fibra sacada não muito longo e o rompimento em bloco, ou seja, as fibras permanecem aderidas entre si e com pouca adesão com a matriz. Embora o aspecto geral seja de



interfaces abertas, Figura 11B, observa-se também nessa figura a existência de deformação nas fibras, indicando uma melhor adesão.



A

B

Figuras 10A e B - Micrografias dos compósitos com fibras tratadas com 10% de isocianato.



A

B

Figuras 11A e B - Micrografias dos compósitos com fibras tratadas com 5% de isocianato.

### 5.3.2 Uretano

Neste caso, as fibras foram recobertas por uretano. Ao isocianato anteriormente utilizado, foi adicionado um poliol na proporção de 1:1,1 segundo as indicações do fabricante, e este sistema aplicado às fibras em teores de 5, 10, 20 e 35% em peso. A Tabela 03 (Anexo 01) reporta as propriedades mecânicas dos compósitos produzidos a partir das fibras tratadas superficialmente com uretano.

Os resultados alcançados são semelhantes aos obtidos com fibras tratadas com isocianato. Ficou evidenciado um aumento nas propriedades tênses com o teor de fibra e de tratamento superficial, sendo as melhores propriedades obtidas a teores de 10% de uretano.

A Figura 12A, mostra que a resistência à tração dos compósitos com fibras tratadas com teores de 5 e 10 % de uretano, sofreram aumentos para os compósitos com 1 camada de fibra. Tal como obtido para o tratamento com isocianato, fica evidenciado que é inviável realizar tratamentos a teores mais elevados de uretano, haja visto que as propriedades do compósito decrescem para os níveis de resistência obtidos com as fibras brutas.

A Figura 12B, mostra que o módulo de Young dos compósitos investigados aumentou, como previsto, com o teor de fibra e que atingiu os melhores valores para esta propriedade a teores de tratamento superficial da ordem de 10% em peso, onde obteve-se um aumento satisfatório. É digno de nota, o fato do módulo dos compósitos com teor de uretano de 5 % ter ficado equivalente ao obtido com a fibra bruta, o que contrasta com a elevação na resistência à tração obtida para estes compósitos. Novamente fica

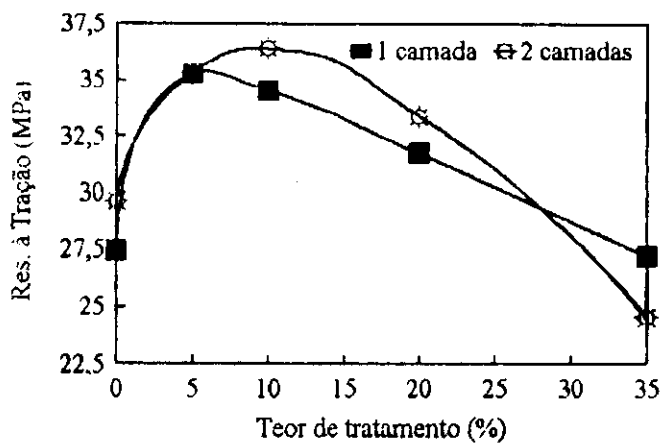


Figura 12a - Resistência à tração x teor de tratamento.

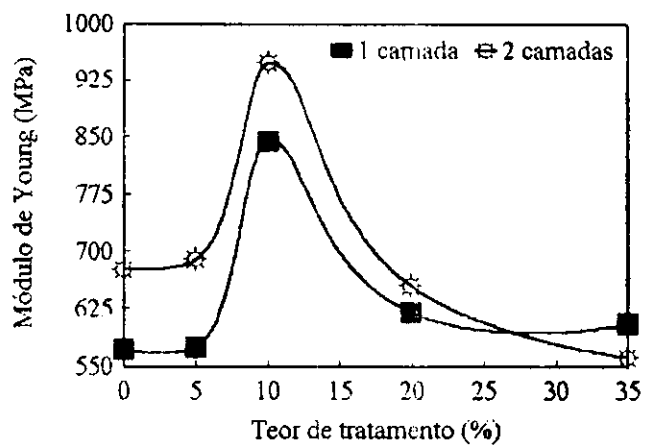


Figura 12b - Módulo de Young x teor de tratamento.

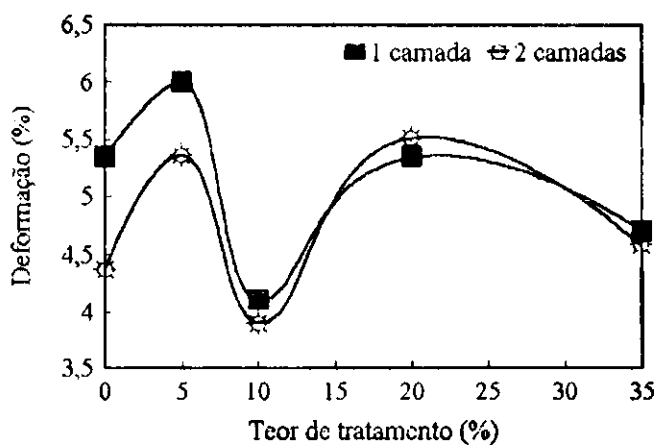


Figura 12c - Deformação x teor de tratamento.

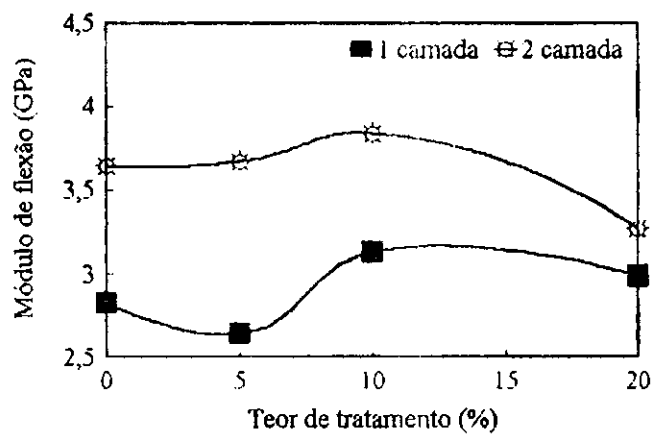


Figura 12d - Módulo de flexão x teor de tratamento.

Figura 12 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibra tratadas com diversos teores de uretano.

evidenciado a inviabilidade técnica e econômica de se realizar estes tratamentos a teores mais elevados.

A Figura 12C, mostra que, como esperado, a deformação na ruptura diminuiu com o teor de fibra e que a maior rigidez nos compósitos foi obtida para o tratamento superficial com uretano a 10%. O mesmo comportamento descrito anteriormente para o tratamento com isocianato, indicando um aumento inicial no alongamento na ruptura para teores de isocianato de 5% foi observado neste caso. Não podemos no momento, devido à reprodutibilidade dos testes bem como às condições experimentais adotadas, oferecer explicações convincentes para este tipo de comportamento. No entanto, caso o alongamento tenha efetivamente aumentado nesta concentração, isto pode explicar o módulo relativamente baixo obtido para aquele compósito.

A Figura 12D, ilustra o comportamento do módulo elástico em flexão destes compósitos e mostra que, de maneira análoga ao descrito para o módulo em tração, há aumento nesta propriedade com o teor de fibra e de tratamento e que os melhores resultados foram obtidos a 10% de uretano.

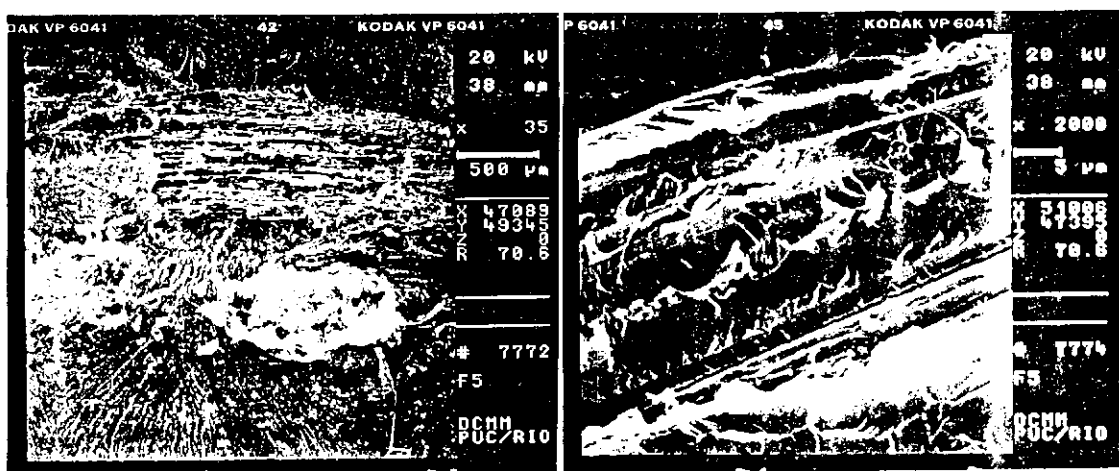
### 5.3.2.1 Análise Fractográfica

Visando avaliar o grau de adesão entre as fases em função do teor de tratamento, foram realizadas micrografias dos compósitos tratados com uretano.

Neste caso os resultados foram de certo modo surpreendentes pois parecem indicar que há melhor adesão para o tratamento superficial das fibras com 35% de uretano, o que vai de encontro aos resultados obtidos no que se refere ao comportamento mecânico destes compósitos. Especula-se que, uma vez que a formulação de uretano

empregada gera um material de característica elastomérica, a diminuição da resistência mecânica a teores mais elevados de tratamento superficial seja devido à esta característica e não à dificuldades de adesão.

Os resultados do teor de 35 % são observados na Figura 13A, que apresenta um berço de fibras paralelas (fibra transversal à direção de aplicação da carga no ensaio de tração), que não é contínuo em toda a superfície de fratura, com parte da fibra sob a matriz. Foi verificado uma boa interface, e a Figura 13B, mostra uma fibra paralela ao plano de fratura, com a matriz aderida e parcela de fibras arrancadas.



A

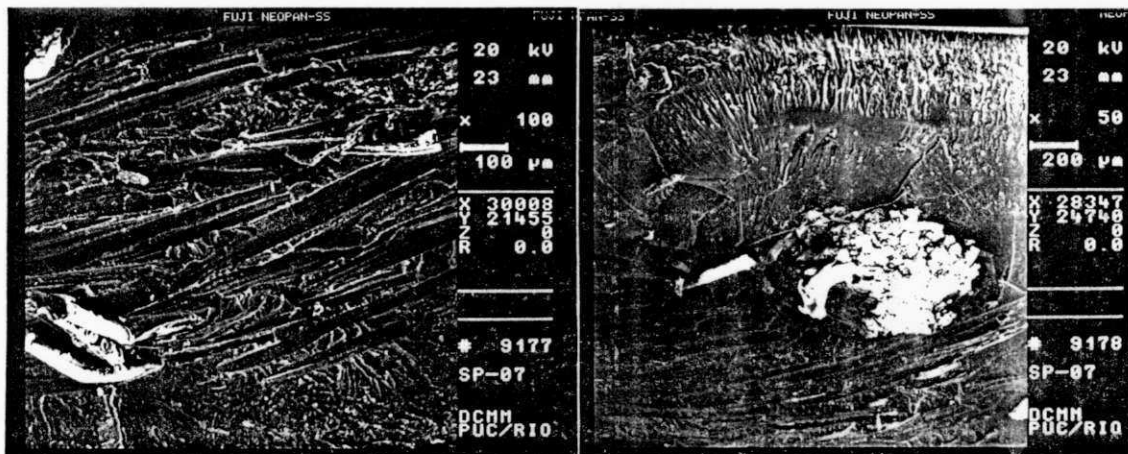
B

Figuras 13A e B - Micrografias dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 35% de uretano.

Observou-se na Figura 14, referente ao teor de 20 %, que o plano de fratura apresentou fibras paralelas em toda a sua extensão e longos comprimentos de fibra longitudinal sacada da matriz, o que caracteriza interface fraca.



Figura 14 - Micrografia dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 20% de uretano.



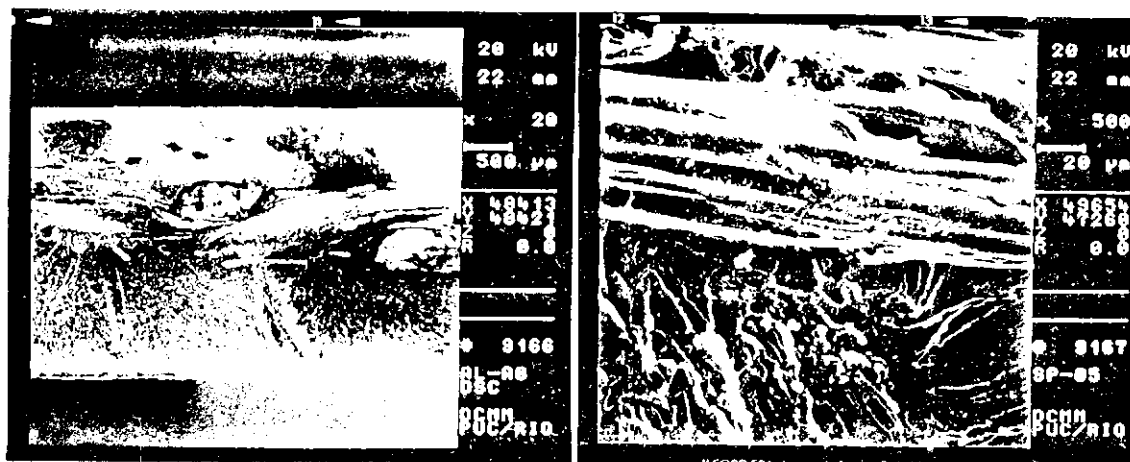
A

B

Figuras 15A e B - Micrografias dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 10% de uretano.

O berço das fibras tratadas com 10 % de uretano é mostrado na Figura 15A, enquanto a Figura 15B mostra que as fibras romperam-se em um único bloco, apresentando um comprimento de fibra sacada maior. O bloco de fibra pareceu mostrar que essas se apresentavam bem aderidas entre si e com fraca adesão com a matriz.

A Figura 16A, para o teor de 5 %, mostra o rompimento da fibra em bloco, com comprimento da fibra sacada pequeno e a interface entre a mecha de fibras e a matriz aberta. Na Figura 16B, está mostrada a fibra com pouca deformação na superfície. Comparando a análise da superfície de fratura dessa amostra com o teor de 35 %, esta última mostrou melhor aderência.



A

B

Figuras 16A e B - Micrografias dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 5% de uretano.

### 5.3.3 PVAc

Uma vez que os resultados preliminares indicaram ser o PVAc relativamente eficiente em promover melhora nas propriedades mecânicas do sistema poliéster/juta, porém não tanto quanto os tratamentos superficiais com isocianato ou uretano, decidiu-se avaliar o efeito deste agente unicamente em teores de 10 e 20 % sobre o peso das fibras.

A Tabela 04 (Anexo 01), apresenta os resultados desse tratamento. Os pontos iniciais da Tabela 04 e das Figuras 17A à 17D, referem-se aos dados dos compósitos produzidos com fibras brutas sem tratamento.

A Figura 17A, mostra que a resistência à tração dos compósitos tende a aumentar com o teor de fibra e de PVAc, o que indica que o PVAc é eficaz em promover a interação entre a fibra de juta e a matriz poliéster. Ocorreram aumentos na resistência tênsil dos compósitos com 1 e 2 camadas de fibra tratada com 20% de PVAc. Neste caso, o tratamento superficial parece levar todos os compósitos investigados a um valor único para a resistência à tração, independente do teor de fibra. As razões para este comportamento anômalo não são claras. Especula-se que tendo o PVAc baixo peso molecular, mesmo que em maiores quantidades tenda a promover a adesão entre as fases do compósito, no cômputo geral isto seja anulado pelo baixo valor de sua propriedade mecânica. Outro dado interessante é que a teores de tratamento superficial de 10%, aparentemente, há uma inversão no comportamento observado para esta propriedade pois a resistência à tração do compósito diminuiu com o teor de fibra, contrariando todos os outros resultados obtidos até o momento.

O módulo de Young, Figura 17B, também mostra alguns resultados anômalos. A partir dos dados obtidos para a resistência à tração, esperava-se que o módulo



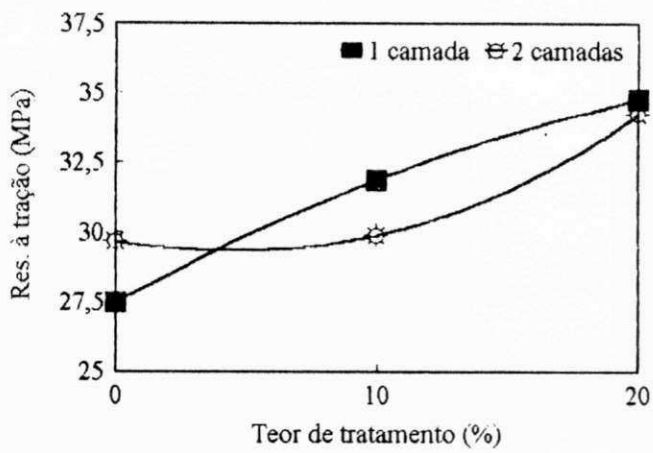


Figura 17a - Resistência à tração x teor de tratamento.

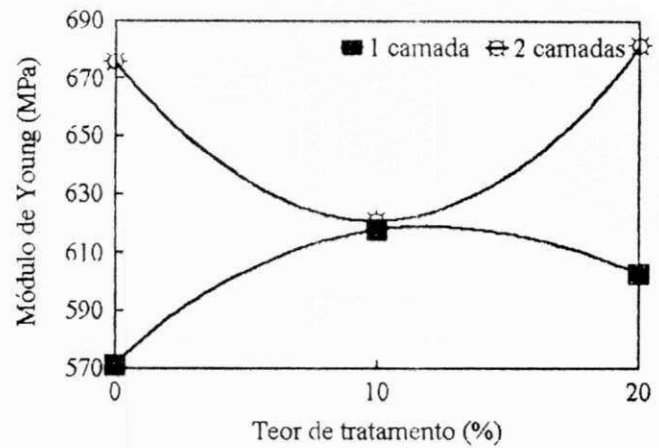


Figura 17b - Módulo de Young x teor de tratamento.

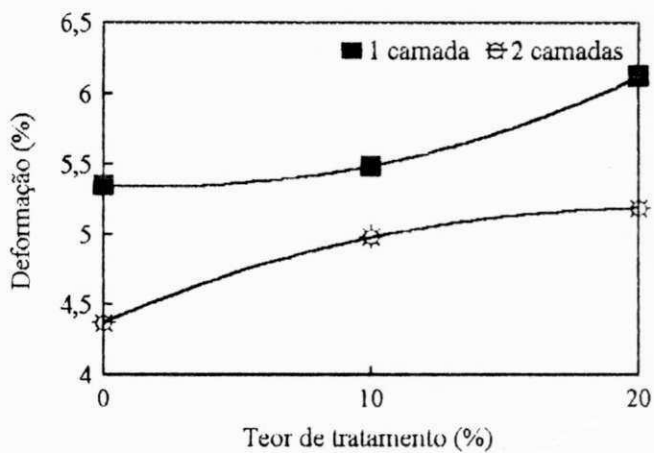


Figura 17c - Deformação x teor de tratamento.

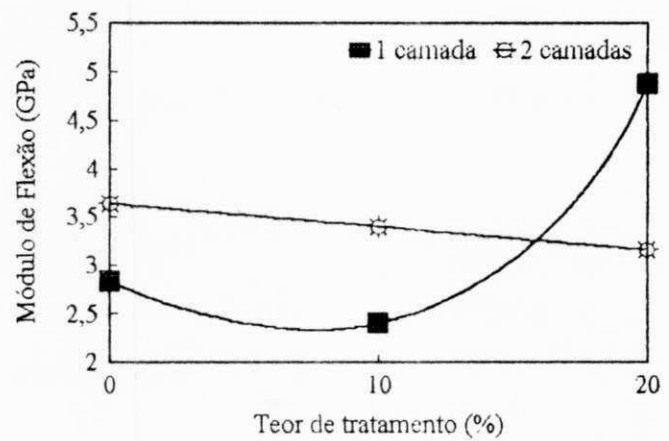


Figura 17d - Módulo de flexão x teor de tratamento.

Figura 17 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibra tratadas com dois teores de PVAc.

aumentasse, ainda que ligeiramente, com o teor de fibra e com o tratamento. Em geral, isso foi observado, porém para os compósitos com 2 camadas de fibra tratada com 10% de PVAc houve um ligeiro decréscimo nesta propriedade. Neste sistema em particular, o aumento nesta propriedade para compósitos com 1 e 2 camadas de fibra, evidenciou que este tratamento não provocou a melhora prevista no módulo dos compósitos.

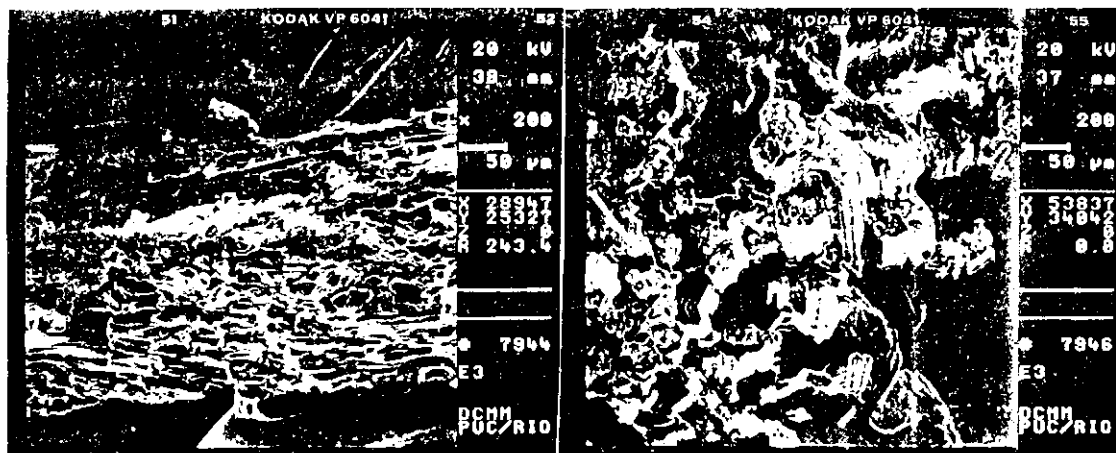
A Figura 17C, mostra que, ao contrário dos demais tratamentos superficiais, houve um aumento na deformação na ruptura com a o teor de tratamento superficial, resultado este surpreendente. Esperava-se que, caso o tratamento superficial fosse eficaz em promover a adesão entre as fases - e este parece ser o caso, haja visto que há aumento na resistência à tração na ruptura e no módulo elástico com o tratamento superficial - houvesse uma diminuição no alongamento na ruptura destes compósitos. O aumento nesta propriedade talvez possa ser relacionado ao peso molecular do PVAc utilizado, se bem que estudos mais aprofundados e estatísticos devam ser feitos antes que se possa explicar de maneira convincente este comportamento anômalo.

Os resultados indicam que, apesar de alguns comportamentos inesperados, o tratamento com PVAc nos dois teores investigados melhoraram a interface fibra/matriz. A melhoria na interface é atribuída à possibilidade de formação de ligações químicas entre os grupos hidroxila presentes na juta e os grupos acetato do PVAc, (SEMSARZADEH & AMIRI, 1985).

#### 5.3.3.1 Análise Fractográfica

As micrografias dos compósitos que utilizaram fibras tratadas com PVAc mostraram que esse tratamento proporcionou boa adesão entre a matriz e a fibra. Porém, o comportamento geral observado indicou falta de penetração entre as fibras.

Na Figura 18A, para o tratamento com 20% de PVAc, é observado uma fibra paralela ao plano de fratura, aparentemente mostrando que a trinca propaga-se entre as fibras que compõem a mecha. A Figura 18B, apresenta fibras longitudinais rompidas próximo ao plano de fratura, constatando-se um pequeno comprimento de saca-fibra, característico de interface forte.

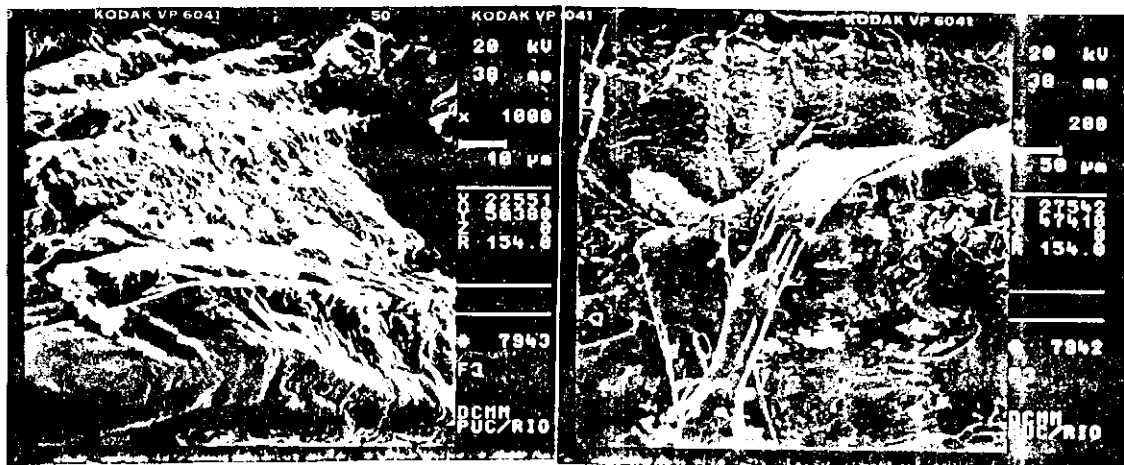


A

B

Figuras 18A e B - Micrografias dos compostos que empregaram fibras tratadas com 20% de PVAc.

As micrografias dos corpos de prova com os teores de tratamento de 10% não apresentaram muitas diferenças em relação aos com 20%. A Figura 19A, mostra uma fibra sacada, na qual observa-se uma região tratada e outra não tratada, e na Figura 19B é visto a superfície da fibra com deformação, indicando a existência de adesão.



A

B

Figuras 19A e B - Micrografias dos compostos que empregaram fibras tratadas com 10% de PVAc.

#### 5.3.4 Anidrido Maleico

Uma única concentração de anidrido maleico foi utilizada e os resultados estão reportados na Tabela 05 (Anexo 01), e apresentados nas Figuras 20A a 20C. Os resultados indicam que não houve melhora na resistência à tração, Figura 20A, ocorrendo uma diminuição para os compostos com 2 camadas de reforço, enquanto para os com 1 camada de fibra, o resultado permaneceu praticamente constante.

O módulo elástico, Figura 20B, aumentou para 1 e 2 camadas de fibra, enquanto a deformação na ruptura, Figura 20C, sofreu decréscimo para os compostos em estudo. Os resultados obtidos mostram que o emprego do anidrido maleico em concentração de

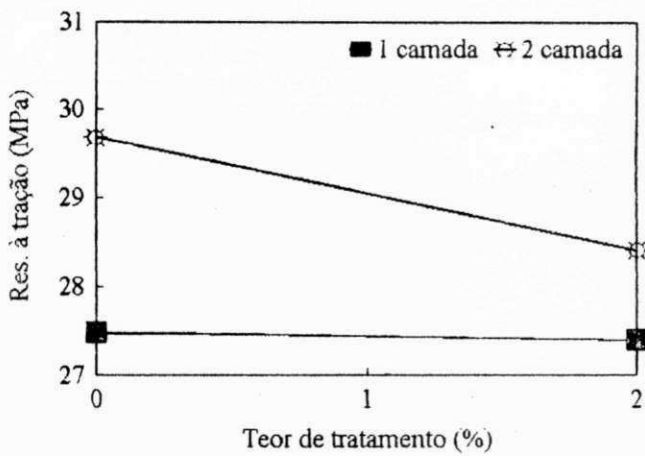


Figura 20a - Resistência à tração x teor de tratamento.

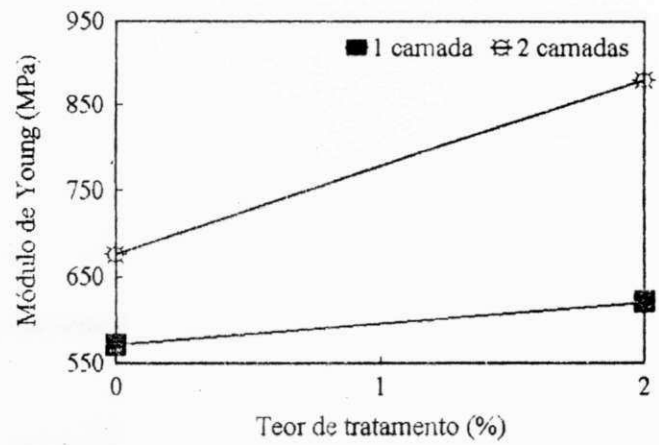


Figura 20b - Módulo de Young x teor de tratamento.

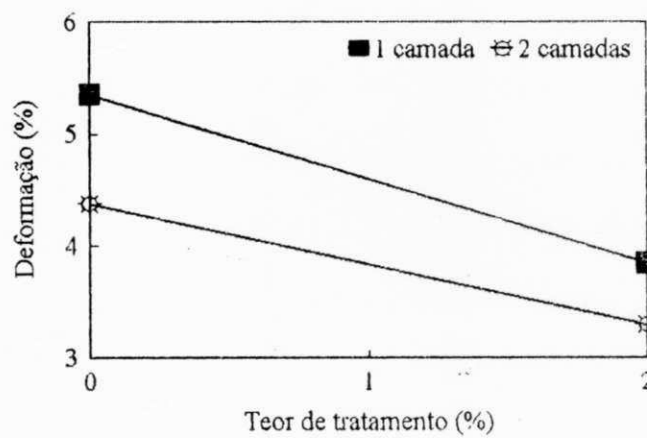


Figura 20 - Deformação x teor de tratamento.

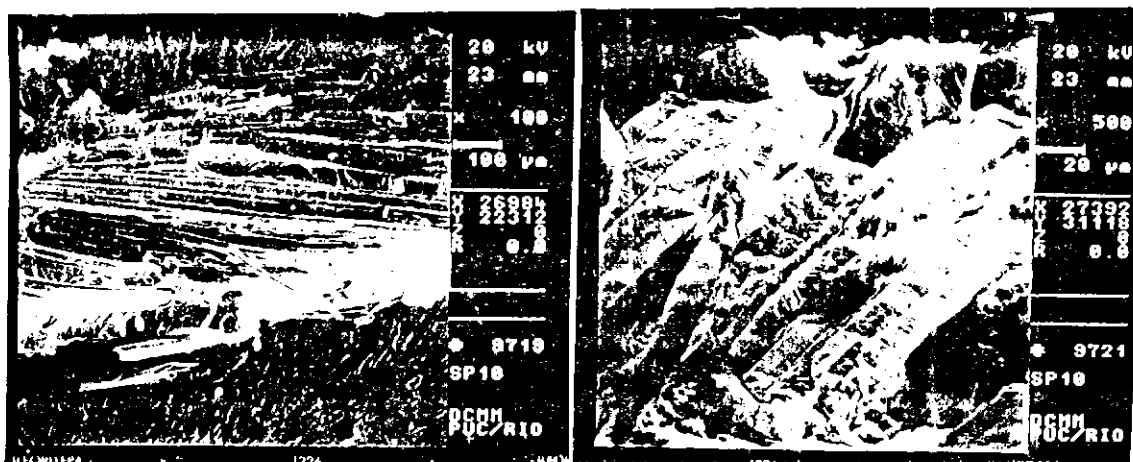
Figura 20 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibra tratadas com anidrido maleico.

2% em relação ao peso de fibra não provocou melhora significativa no conjunto de propriedades mecânicas avaliadas e, portanto, não é o tratamento mais recomendado para promover a adesão entre os componentes do compósito em estudo.

#### 5.3.4.1 Análise Fractográfica

As micrografias mostraram que o tratamento com anidrido maleico não foi homogêneo, porém nos locais onde houve a incorporação dessa substância pelas fibras, ocorreu adesão.

Na Figura 21A, observam-se regiões com longos comprimentos de fibras sacadas e fibras paralelas ao plano de fratura dominando a superfície, enquanto na Figura 21B, notam-se regiões com menores comprimentos de fibras sacadas e fibras unidas e recobertas, possivelmente devido a um tratamento eficiente. Na Figura 21C, observam-se fibras apresentando rompimento durante o ensaio de tração.



A

B



C

Figuras 21 A, B e C - Micrografias dos compósitos que empregaram fibras tratadas com 2% de anidrido maleico.

#### 5.4 PRÉ-LAVAGEM DOS TECIDOS DE JUTA

##### 5.4.1 Introdução

Segundo resultados reportados por (PRASAD et al., 1983; GEETHAMMA et al., 1995), a pré-lavagem da fibra de côco por imersão em solução de hidróxido de sódio em tempos variados é eficaz em promover modificações nas fibras em função da sua constituição lignocelulósica. Segundo os autores, a pré-lavagem das fibras promove a remoção da cera e graxa, melhorando assim a molhabilidade da fibra pela matriz termorrígida. Sendo assim, e no intuito de buscar tratamentos superficiais simples e baratos, factíveis de serem utilizados industrialmente, avaliou-se o efeito da pré-lavagem

das fibras com soluções de detergente e de hidróxido de sódio nas propriedades mecânicas de compósitos poliéster/juta.

Os tecidos de juta foram pré-lavados em condições experimentais distintas, sendo considerada a temperatura, tempo e tipo de pré-lavagem. Foram realizados dois tipos de pré-lavagem: 1) com detergente neutro e 2) com uma solução de NaOH.

Nesta seção, avaliou-se o efeito do tipo, temperatura e tempo de pré-lavagem das fibras nas propriedades mecânicas de compósitos poliéster/tecido de juta e os resultados foram comparados aos dos compósitos com fibra não-lavada.

#### 5.4.2 Pré-lavagem com Detergente

Os tecidos de juta foram pré-lavados por 15 e 60 minutos, na temperatura de 70°C em solução de detergente neutro conforme descrito no capítulo "Materiais e Métodos", e baseado no trabalho de (GHOSH & GANGULY, 1994). Os resultados das propriedades mecânicas dos compósitos em função do tempo de pré-lavagem e teor de fibra são mostrados na Tabela 06 (Anexo 01) e comparados com os obtidos para os com fibras brutas.

A juta é uma fibra vegetal composta por celulose, hemicelulose e lignina em quase sua totalidade, porém existem outras substâncias presentes em quantidades menores, como cêra, proteínas, cinzas, etc, ( PAL, 1984; SEMSARZADEH & AMIRI, 1985; IDRIS ALI et al, 1994). A pré-lavagem do tecido de juta com detergente (GHOSH & GANGULY, 1994), tem o objetivo de efetuar uma limpeza na fibra, eliminando parte desses componentes, principalmente a cêra, que dificulta a molhabilidade da fibra pelo poliéster.



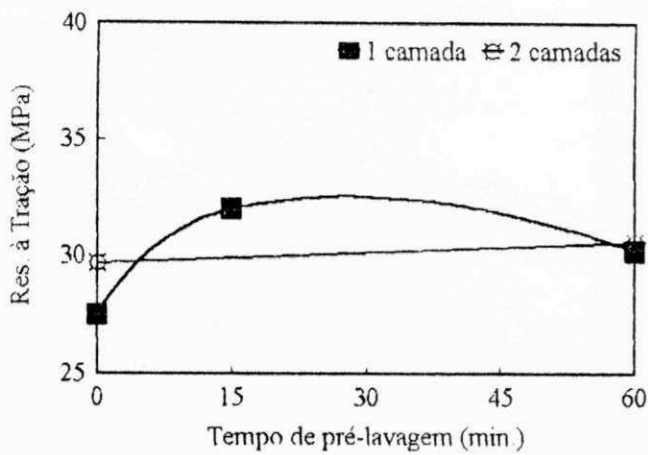


Figura 22a - Resistência à tração x tempo de pré-lavagem

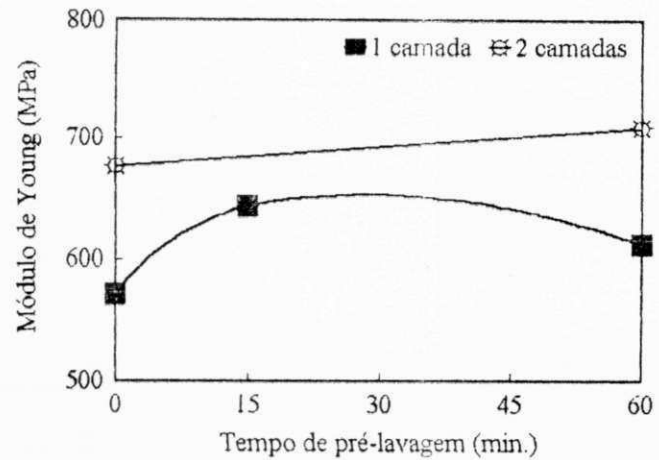


Figura 22b - Módulo de Young x tempo de pré-lavagem

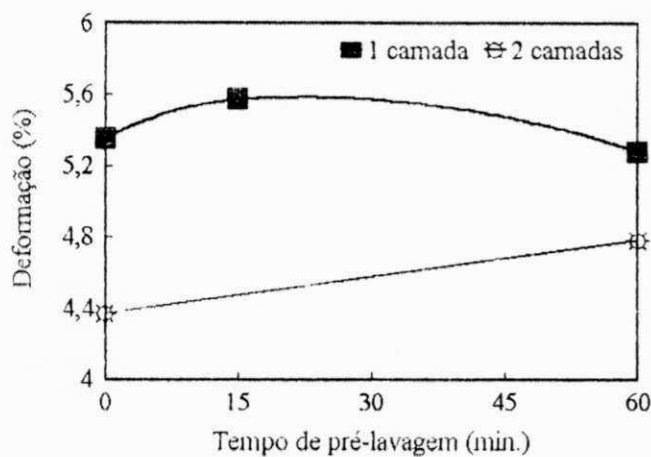


Figura 22c - Deformação x tempo de pré-lavagem

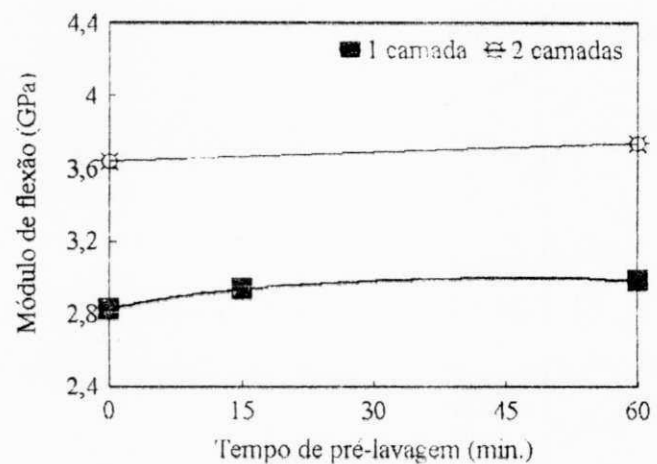


Figura 22d - Módulo de flexão x tempo de pré-lavagem

Figura 22 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibra pré-lavada com detergente à 60 C, por 15 e 60 minutos.

Os resultados indicam, conforme esperado, que houve aumento na resistência à tração e nos módulos elásticos em tração e em flexão bem como diminuição no alongamento na ruptura com o teor de fibra e que melhores resultados foram obtidos para o tempo de pré-lavagem de 15 minutos nos compósitos com 1 camada de fibra. Nestes casos, e como evidenciado nas Figuras 22A a 22D, houve discretos aumentos na resistência à tração; no módulo elástico em tração; no módulo em flexão e redução no alongamento na ruptura dos compósitos investigados.

Os compósitos com 2 camadas de fibra foram produzidos apenas com a fibra bruta e pré-lavada por 60 minutos, não sendo considerada a pré-lavagem por 15 minutos. Também neste caso, houve discretos aumentos na resistência à tração; nos módulos elásticos em tração e em flexão e na deformação na ruptura.

Concluiu-se que, efetivamente, a limpeza realizada no tecido de juta com a pré-lavagem usando detergente, melhorou a molhabilidade da fibra, propiciando uma interação matriz-fibra mais eficiente. Os ensaios realizados mostraram que as propriedades mecânicas dos compósitos com as fibras pré-lavadas foram levemente superiores às obtidas com os compósitos com fibras brutas.

#### **5.4.3 Pré-lavagem com NaOH**

Visando averiguar se o presente sistema responde a tratamentos alcalinos como reportados nos estudos de (GEETHAMMA et al., 1995; PRASAD et al., 1983), foi efetuada a pré-lavagem dos tecidos de juta em uma solução de NaOH à 5%, na temperatura de 25<sup>o</sup>C, por períodos de tempo variando de 24 à 96 horas. Os resultados obtidos para as propriedades mecânicas dos compósitos produzidos são apresentados na

Tabela 07 (Anexo 01); ilustrados nas Figuras 23A a 23D, e comparados aos de compósitos análogos com fibras brutas.

A Figura 23A, mostra que a resistência à tração permaneceu constante com o tempo de pré-lavagem no período de 24 à 72 horas, ocorrendo um decréscimo nessa propriedade após 96 horas de imersão em solução alcalina. Um tratamento alcalino muito longo ou intenso, pode danificar a estrutura da fibra, com a remoção da celulose e lignina (PRASAD et al., 1983), o que pode explicar o comportamento observado.

A Figura 23B, mostra que o tratamento alcalino provocou um leve aumento no módulo de Young dos compósitos para tempos de tratamento de até 72 horas, tendendo a decrescer para tempos de exposição alcalina de 96 horas.

A Figura 23C, mostra que o alongamento na ruptura diminuiu com o tempo de exposição alcalina e que o módulo elástico em flexão, Figura 23D, apesar de apresentar comportamento semelhante ao do módulo elástico em tração, aumentando com o tempo de exposição alcalina, exibe diminuição nesta propriedade após 48 horas de imersão em NaOH. As razões para estas discrepâncias não são claras.

Em geral, os resultados evidenciaram que as propriedades mecânicas dos compósitos com juta pré-lavada com NaOH não alcançaram bons níveis após o tratamento alcalino. Este resultado contrariou a expectativa, já que estudos em sistemas semelhantes (PRASAD et al., 1983; GEETHAMMA et al., 1995) mostraram que o tratamento alcalino das fibras celulósicas em condições relativamente suaves, provocava melhoras acentuadas nas propriedades mecânicas de compósitos poliméricos/fibras de côco. Segundo estes autores, durante a pré-lavagem das fibras com a solução de NaOH à 5%, ocorre a eliminação de cêras e graxas da superfície da fibra, aumentando

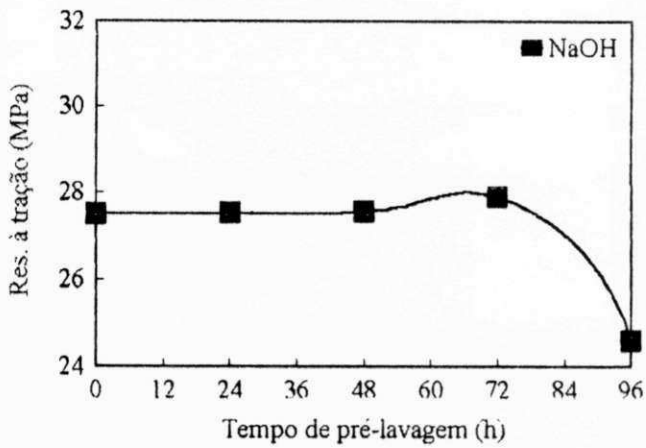


Figura 23a - Resistência à tração x tempo de pré-lavagem.

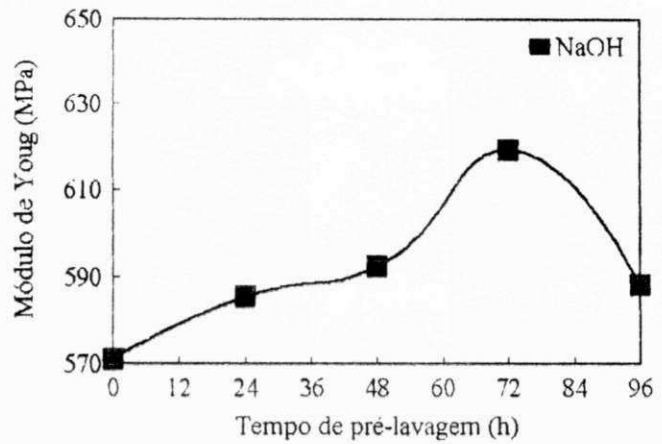


Figura 23b - Módulo de Young x tempo de pré-lavagem.

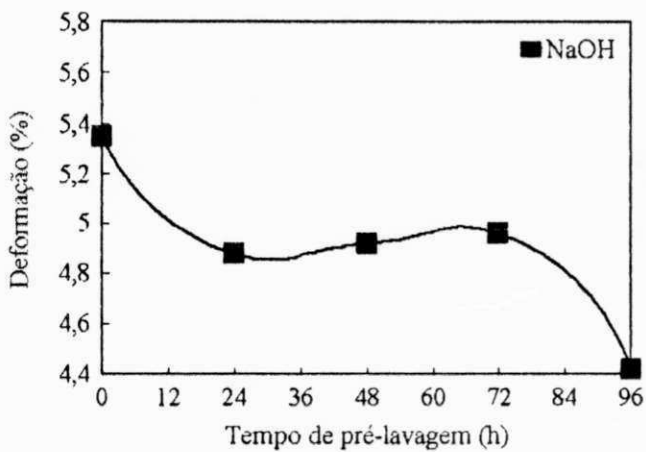


Figura 23c - Deformação x tempo de pré-lavagem.

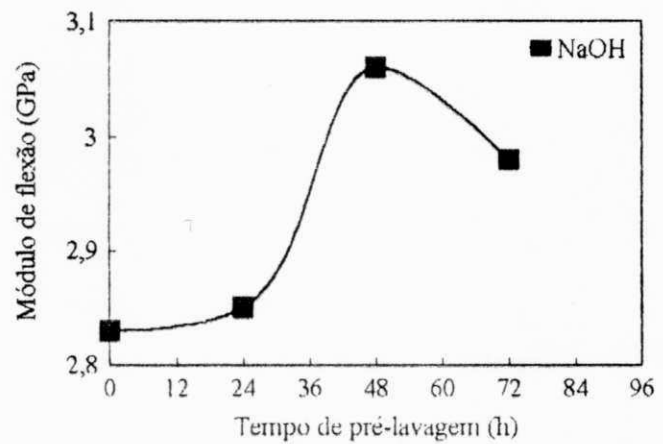


Figura 23d - Módulo de flexão x tempo de pré-lavagem.

Figura 23 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 camada de fibra pré-lavada com uma solução de NaOH à 5%, pelo tempo de 24 à 96 horas.

o molhamento da fibra pela resina e tornando a superfície mais áspera, possibilitando melhor agarramento mecânico. A remoção dessa camada de cêra e graxa, expõe os constituintes da fibra, como a celulose e a lignina. Sendo a lignina um polímero fenólico natural, deveria ser compatível com o poliéster, melhorando as características da interface. No sistema com juta, as melhoras obtidas foram muito discretas. As fibras de côco possuem um alto teor de lignina, tornando-as menos susceptíveis aos danos causados pela pré-lavagem com NaOH. As fibras de juta apresentam um teor de lignina inferior, e sofrem uma degradação maior, resultando em compósitos com propriedades mecânicas pobres. É possível que as fibras transversais à direção de aplicação da carga, que fragilizam o compósito, mascarem as melhorias nas propriedades mecânicas que seriam promovidas pelo melhor agarramento mecânico entre as fibras e a matriz.

## **5.5 TRATAMENTOS SUPERFICIAIS DOS TECIDOS DE JUTA PRÉ-LAVADA**

### **5.5.1 Introdução**

Conforme visto nas micrografias e discutido em seção anterior, os tratamentos superficiais utilizados apresentaram dificuldade de molhamento e penetração nas fibras, ficando unicamente na superfície das mesmas. Tendo-se determinado que a pré-lavagem das fibras confere melhor molhabilidade por eliminar cêras naturais e óleos do processo de fiação, decidiu-se avaliar o efeito de tratamentos superficiais em fibras pré-lavadas em solução de detergente por 15 e 60 minutos, à 70°C.

Os tratamentos superficiais empregados foram os com isocianato, uretano e PVAc em teor único de 20 % sobre o peso das fibras, e anidrido maleico a 2 %. O objetivo desses tratamentos foi utilizar a maior capacidade de molhamento das fibras pré-lavadas com detergente, de modo a se obter um aumento na incorporação do isocianato, uretano, PVAc e anidrido maleico e, por conseguinte, uma interface fibra/matriz mais forte. Os resultados foram analisados e comparados.

### **5.5.2 Influência da Pré-lavagem nas Propriedades Mecânicas de Fibras Brutas e Tratadas.**

Nesta seção são comparadas as propriedades de compósitos com fibras pré-lavadas sujeitos ou não a tratamentos superficiais já que, em seção anterior (seção 5.4.2), o efeito deste tipo de pré-lavagem nas propriedades dos compósitos, em relação às dos com fibras brutas, já tinham sido avaliadas. Estes dados estão apresentados na tabela 08 (Anexo 01) e agrupados por tipo de tratamento superficial empregado.

Os resultados indicam que, conforme observado anteriormente, a pré-lavagem com detergente tende a provocar aumento na resistência à tração; módulo elástico em tração e em flexão e na deformação na ruptura. Estes aumentos foram discretos, porém perceptíveis e que em alguns casos o "máximo" nestas propriedades ocorria após 15 minutos de pré-lavagem e, em outros, após 60 minutos de imersão em detergente. O efeito de cada tratamento superficial, a uma concentração fixa, nas propriedades mecânicas de compósitos com fibras pré-lavadas serão discutidos a seguir.

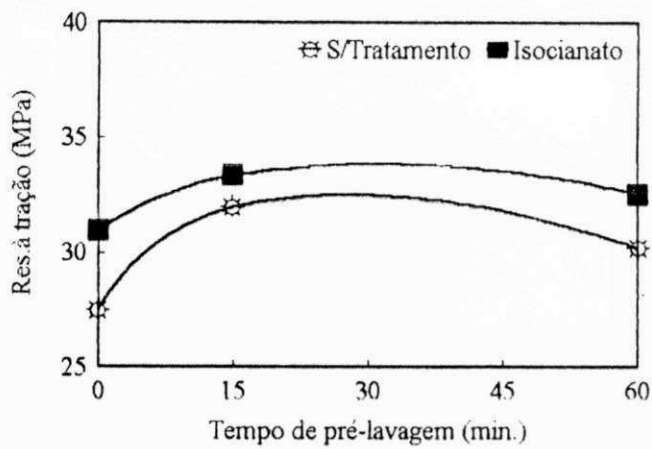


Figura 24a - Resistência à tração x tempo de pré-lavagem..

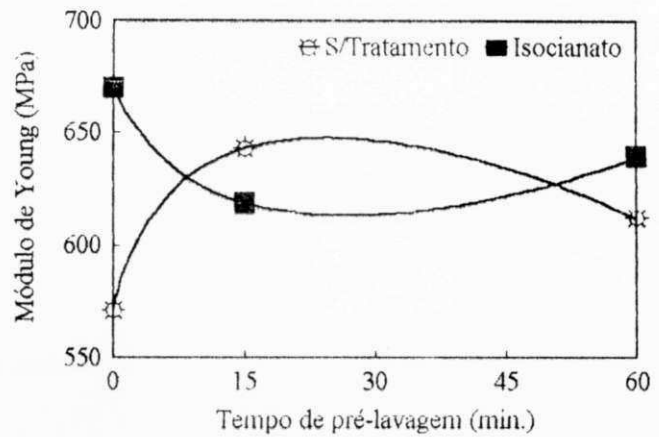


Figura 24b - Módulo de Young x tempo de pré-lavagem..

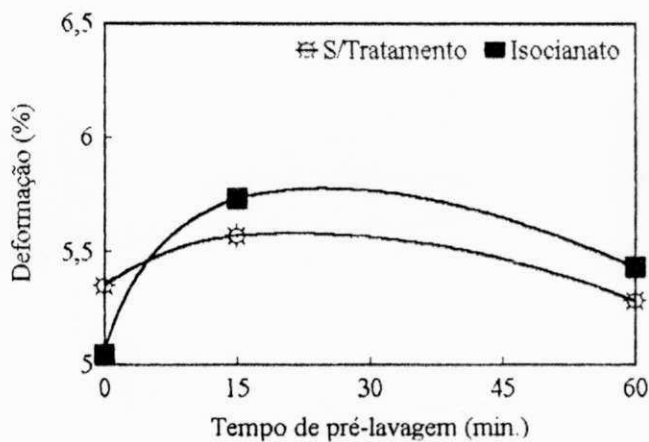


Figura 24c - Deformação x tempo de pré-lavagem.

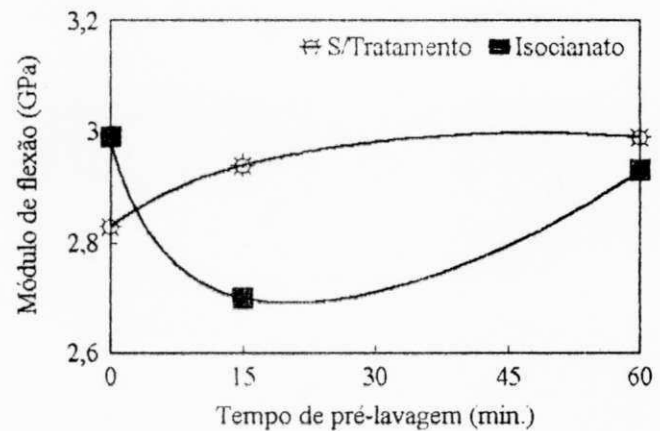


Figura 24d - Módulo de flexão x tempo de pré-lavagem.

Figura 24 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 camada de fibra pré-lavada com detergente. Comparação entre os compósitos que empregaram fibras sem tratamento superficial e tratadas com isocianato.

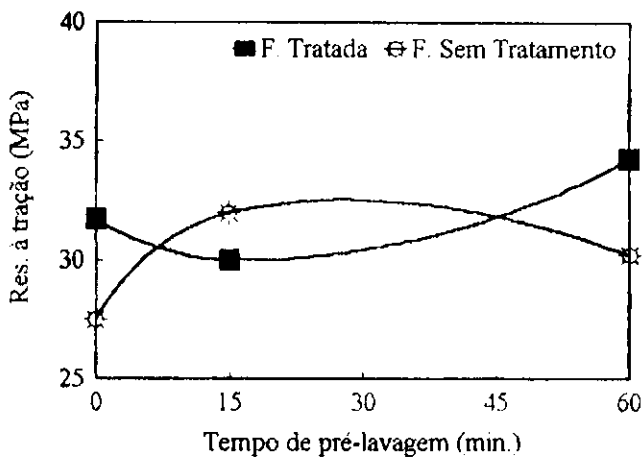


Figura 25a - Resistência à tração x tempo de pré-lavagem.

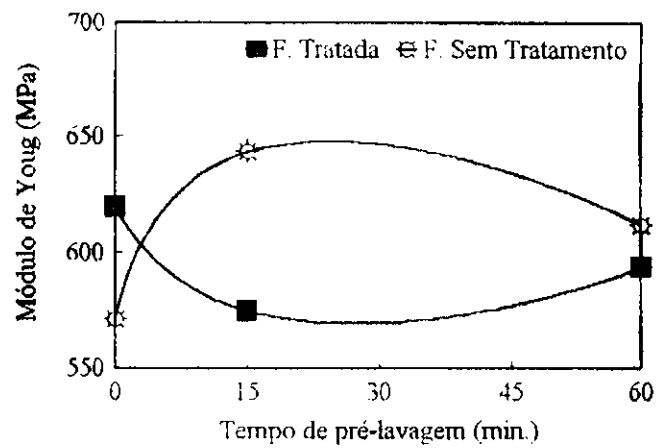


Figura 25b - Módulo de Young x tempo de pré-lavagem..

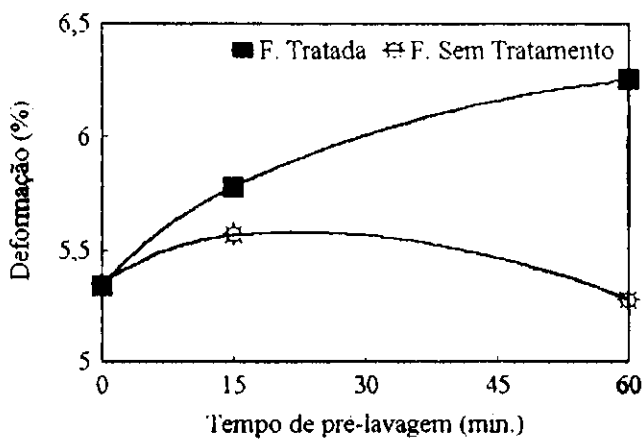


Figura 25c - Deformação x tempo de pré-lavagem.

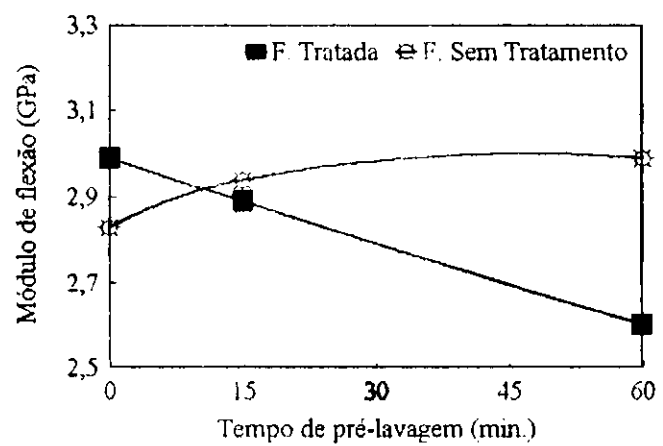


Figura 25d - Módulo de flexão x tempo de pre-lavagem.

Figura 25 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta com 1 camada de fibra pré-lavada com detergente. Comparação dos compósitos que empregaram fibras sem tratamento e tratadas com uretano.



As Figuras 24A a 24D, mostram o efeito de tratamento com isocianato nas propriedades de compósitos com fibras pré-lavadas com detergente a tempos distintos. Fica evidenciado (Figura 24A) que a resistência à tração dos compósitos com fibras pré-lavadas e tratadas é sempre superior à dos compósitos com fibra pré-lavada e sem tratamento, e que a mesma tendência é observada para as outras propriedades investigadas, ou seja, os módulos elásticos em tração (Figura 24B); em flexão (Figura 24D) e no alongamento na ruptura (Figura 24C). Este comportamento é atribuído à remoção das cêras naturais e óleos de processo com a pré-lavagem, o que facilitaria a penetração do isocianato nas fibras e talvez até a reação química com os grupos hidroxila da celulose (PRASAD et al., 1983; GEETHAMMA et al., 1995).

O efeito de tratamento superficial das fibras com uretano mostrou resultados semelhantes aos descritos para o isocianato. Assim, houve aumento na resistência à tração na ruptura (Figura 25A); uma tendência ao decréscimo nos módulos elásticos em tração (Figura 25B) e em flexão (Figura 25D) e aumento na deformação na ruptura (Figura 25C) destes compósitos. Aparentemente, neste caso, a pré-lavagem não foi eficaz em promover maior adesão entre os componentes do sistema, pois o material tornou-se um pouco menos rígido após o tratamento. Cumpre notar que os aumentos e decréscimos observados nestes casos foram sempre relativamente baixos e, devido aos erros experimentais e problemas de moldagem é necessário avaliar uma quantidade de dados bem maior, de modo que uma análise estatística possa ser feita, antes de uma conclusão definitiva.

O efeito do tratamento com PVAc seguiu praticamente as mesmas tendências discutidas acima. Houve aumento na resistência à tração, Figura 26A, e leve tendência ao

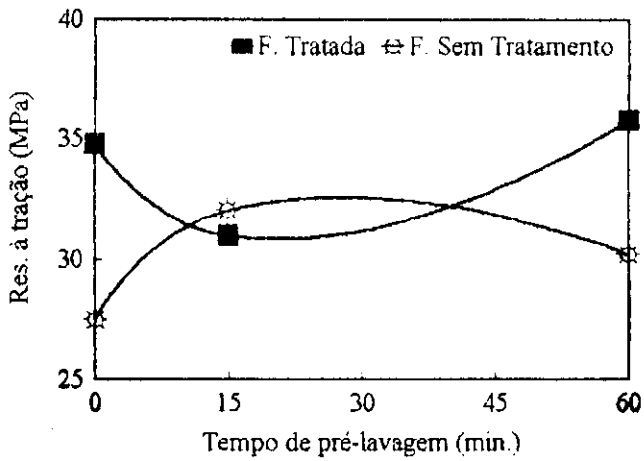


Figura 26a - Resistência à tração x tempo de pré-lavagem.

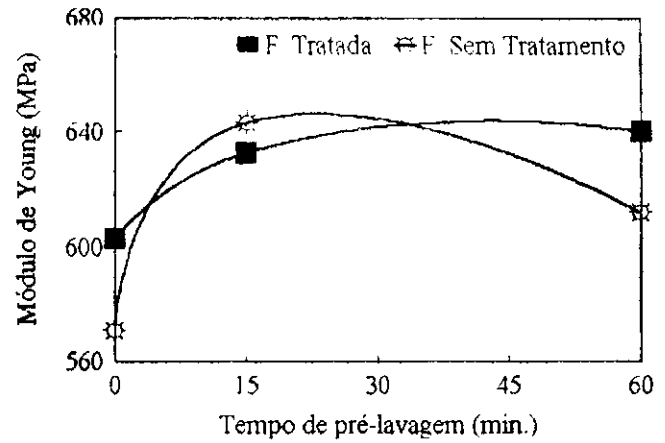


Figura 26b - Módulo de Young x tempo de pré-lavagem.

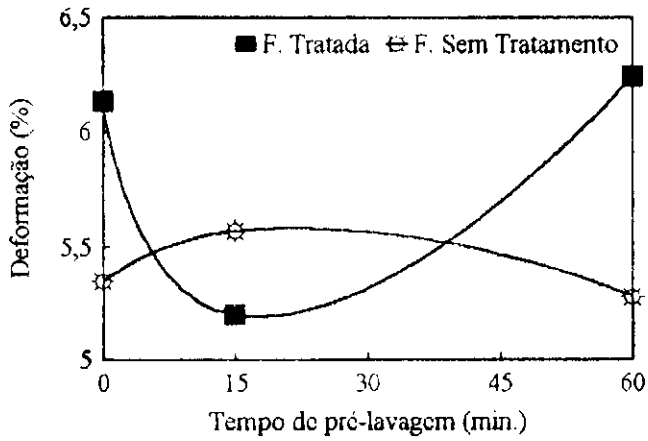


Figura 26c - Deformação x tempo de pré-lavagem.

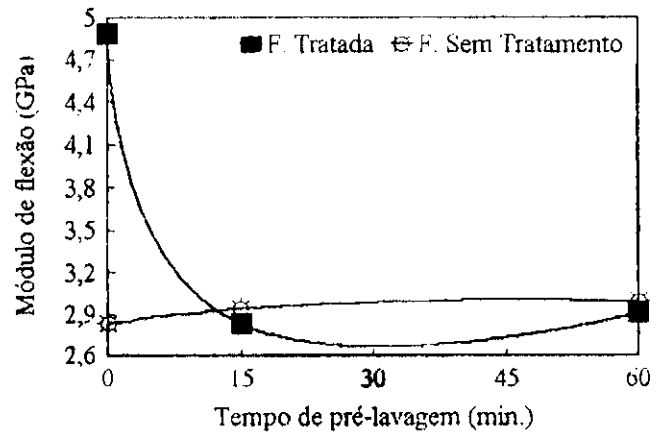


Figura 26d - Módulo de flexão x tempo de pré-lavagem.

Figura 26 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 camada de fibra pré-lavada com detergente. Comparação dos compósitos que empregaram fibras sem tratamento superficial e tratadas com PVAc.

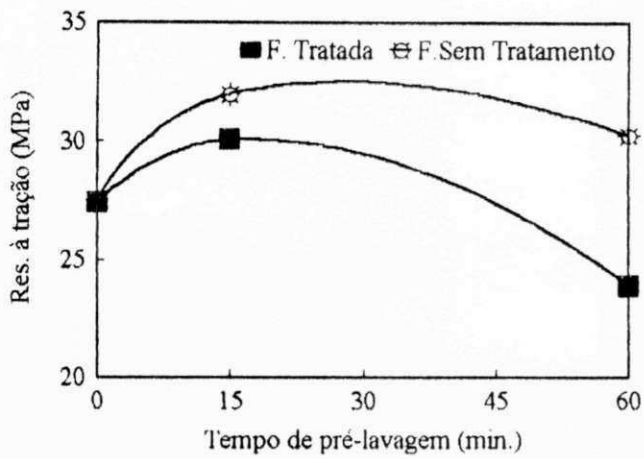


Figura 27a - Resistência à tração x tempo de pré-lavagem.

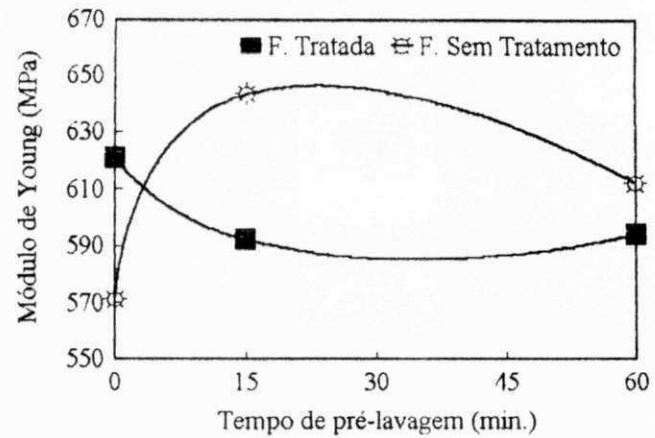


Figura 27b - Módulo de Young x tempo de pré-lavagem.

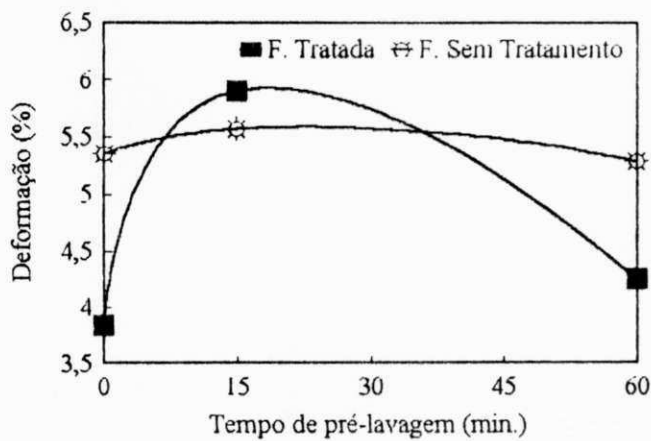


Figura 27c - Deformação x tempo de pré-lavagem.

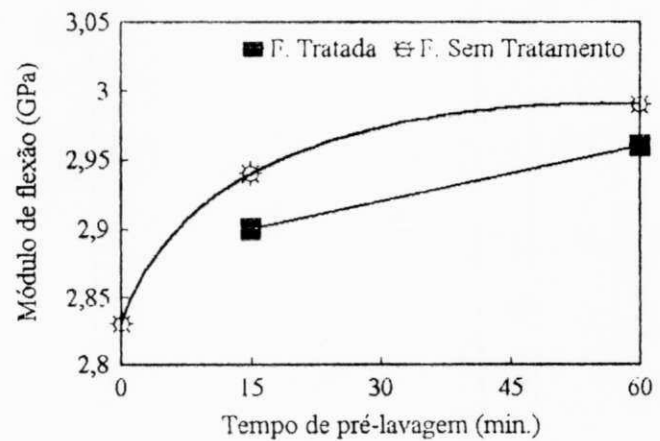


Figura 27d - Módulo de flexão x tempo de pré-lavagem.

Figura 27 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 camada de fibra pré-lavada com detergente. Comparação entre os compósitos que empregaram fibras sem tratamento superficial e tratadas com anidrido maleico.

aumento no módulo de Young, Figura 26B, e na deformação na ruptura, Figura 26C, enquanto o módulo elástico em flexão, Figura 26D, praticamente permaneceu inalterado. Estes resultados são tidos como indicativos da pouca eficácia do tratamento superficial das fibras com PVAc.

O efeito do tratamento superficial com anidrido maleico nas propriedades mecânicas de compósitos poliéster/tecido de juta é ilustrado nas Figuras 27A a 27D. Os resultados indicam que, para as fibras lavadas, este tratamento foi o menos eficaz dentre os adotados, haja visto que houve decréscimo em praticamente todas as propriedades analisadas.

## 5.6 TENACIFICAÇÃO DA MATRIZ POLIÉSTER - UM ESTUDO PRELIMINAR

Nesta seção, são discutidos os resultados obtidos num estudo preliminar sobre a influência da adição de uretano e isocianato, não como agentes de tratamento superficial a serem aplicados nas fibras de juta, mas como elementos a serem incorporados à matriz e a formulação poliéster/uretano ou poliéster/isocianato aplicada às fibras. O interesse neste procedimento foi despertado pelos resultados reportados por (FRITSCHINGER & DIRLIKOV, 1992) para a tenacificação do sistema epoxi/óleo de soja epoxidado/carga.

Sendo assim, avaliou-se o efeito da adição de 10 % de uretano e de isocianato à matriz poliéster e determinou-se as propriedades mecânicas destas "matrizes mistas" e de compósitos com 1 camada de fibra bruta, sem tratamento, com elas obtidos. O uretano empregado consiste de uma mistura de polioli/pré-polímero isocianato (1:1,1) e o isocianato utilizado é um pré-polímero derivado do óleo de mamona com grupos

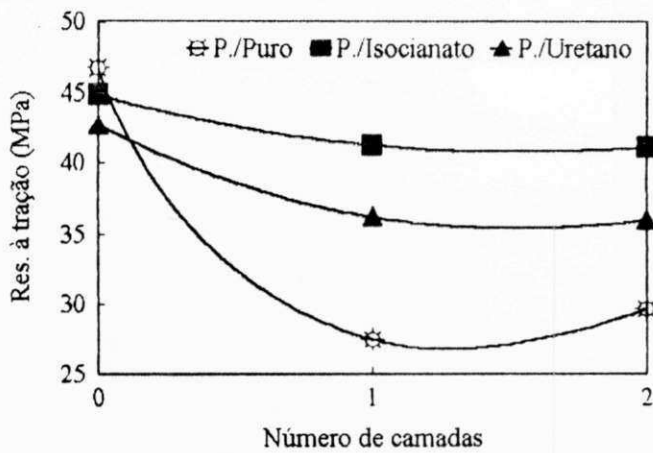


Figura 28a - Resistência à tração x número de camadas de fibra.

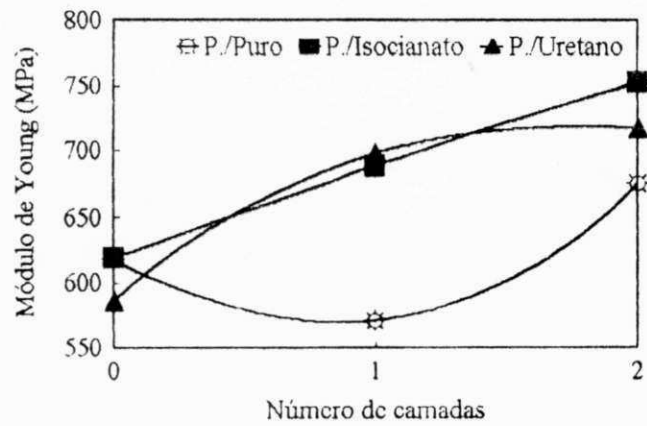


Figura 28b - Módulo de Young x número de camadas de fibra.

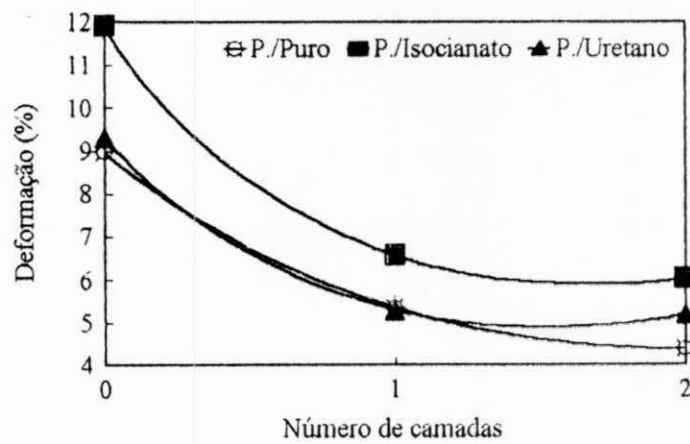


Figura 28c - Deformação x número de camadas de fibra.

Figura 28 - Propriedades mecânicas dos compósitos poliéster/juta, com 1 e 2 camadas de fibra bruta sem tratamento superficial. Foram empregadas três matrizes poliméricas: poliéster puro, e poliéster tenacificado com isocianato e uretano.

terminais isocianato conforme descrito na seção "Materiais e Métodos". A Tabela 09 (Anexo 01), mostra os resultados obtidos.

Fica evidenciado que as propriedades mecânicas da matriz poliéster com a introdução de 10% de uretano ou de isocianato praticamente não foram afetadas. Foi determinado que a inclusão do tecido de juta à matriz poliéster provocava considerável decréscimo nas propriedades mecânicas do compósito (Seção 5.2), o que foi atribuído tanto ao fato do tecido de juta ter fibras transversais à direção do esforço, que agiriam como concentradores de tensões, quanto à má adesão do sistema poliéster/juta.

As Figuras 28A a 28C, ilustram que as matrizes mistas mantiveram as suas propriedades tênses após a inclusão dos tecidos de juta e que houve, como esperado, aumento no módulo elástico e diminuição no alongamento na ruptura. Em praticamente qualquer compósito polimérico, seja ele de matriz termoplástica ou termorrígida, a adição de cargas, reforçante ou não, de módulo superior ao da matriz causa aumento na rigidez do compósito (HULL, 1981). O fato da resistência à tração praticamente não ter diminuído com a inclusão dos tecidos de juta é tido como evidência de uma maior adesão fibra/matriz com este tipo de procedimento. É possível também que neste caso, o recobrimento das fibras e talvez das reações químicas entre os grupos isocianato tenha sido bem mais uniforme do que quando estes agentes foram introduzidos diretamente sobre as fibras.

A utilização do isocianato e do uretano na confecção de "matrizes mistas" produziu sensíveis modificações no comportamento mecânico do poliéster. Durante os ensaios tênses, as curvas tensão versus deformação mostraram que, ao contrário da matriz poliéster que sofre fratura frágil, nas "matrizes mistas" houve escoamento ou seja, estas matrizes são mais dúcteis e tenazes, Anexo 02.

Portanto, conclui-se que a adição de isocianato ou de uretano (10%) diretamente à matriz poliéster é capaz de tenacificar e manter as propriedades mecânicas da matriz poliéster e que, neste caso, a inclusão de tecidos tramados de juta não provocam diminuição nestas propriedades. Estes seriam, dentre todos os tratamentos aqui investigados, os mais promissores e recomendáveis.

## 6.0 CONCLUSÕES

- 1 - A resistência à tração dos compósitos diminuiu com a introdução do tecido de juta, os módulos aumentaram e a deformação diminuiu;
- 2 - As propriedades mecânicas aumentaram com o teor de fibra;
- 3 - Os tratamentos que promoveram o melhor conjunto de propriedades, foram os tratamentos com isocianato e uretano nos teores de 10%;
- 4 - O tratamento com anidrido maleico não forneceu bons resultados;
- 5 - Para os tratamentos com PVAc, os melhores resultados foram obtidos a teores de 20%;
- 6 - A pré-lavagem com detergente melhorou as propriedades mecânicas dos compósitos, enquanto a pré-lavagem com NaOH não se mostrou satisfatória;
- 7 - As fibras pré-lavadas e tratadas, não apresentaram melhorias significativas nas propriedades mecânicas dos compósitos;
- 8 - A matriz poliéster modificada com isocianato e uretano, mostraram ser os tratamentos mais promissores.



## 7.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS POSTERIORES

- a) Modificar a matriz poliéster em outros teores de isocianato e uretano ( 5% e 20%) para comparar com o tratamento à 10%;
- b) Estudar o poliéster modificado para se determinar sua estrutura e as reações químicas entre os constituintes da matriz tenacificada;
- c) Empregar fibras tratadas com 10% isocianato e uretano no poliéster tenacificado, para verificar a interface fibra/matriz;
- d) Empregar os tratamentos superficiais com 10% de isocianato e uretano nas fibras pré-lavadas com detergente, para utilizar a maior molhabilidade dessas fibras com os tratamentos superficiais mais eficientes;
- e) Mesmo apresentando propriedades mecânicas baixas, tratar as fibras pré-lavadas com NaOH com 10% de isocianato e uretano, para se analisar como essas fibras incorporam os tratamentos.

## 7.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ACOSTA, J. L.; OJEDA, M. C.; MORALES, E. & LINARES, A., Morphological, Structural and Interfacial Changes Produced in Composites on the Bases of Polypropylene and Surface Treated Sepiolite with Organic Acid I. Surface Treated and Characterization of Sepiolites, *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 31, 2351-2359, (1986a).
- ACOSTA, J. L.; OJEDA, M. C. & LINARES, A., The Effect of Interfacial Adhesion and Morphology on the Mechanical Properties of Polypropylene Composites Containing Different Acid Surfaces Treated Sepiolites, *Journal of Materials Science*, vol.21, 725 - 723, (1986b).
- ACOSTA, J. L.; OJEDA, M. C. & ROMERO, M., Changes in Dynamic Properties and in the Crystallization of Polypropylene by Incorporation of Surface Treated and Untreated Sepiolite, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, vol.139, 201 - 207, (1986c).
- AGUILAR-VEGA, M. & CRUZ-RAMOS, C. A., Properties of Henequen Cellulosic Fibers, *Journal of Applied Polymer Science*, 56, 1245-1252, (1995).
- ARRUDA, G. S., Desenvolvimento de Compósitos Poliéster/Juta: Um Estudo Comparativo, Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba - UFPB, Campina Grande, (1994).
- ARUMUGAM, N.; SELVY, K. T.; RAO, V. K. & RAJALINGAM, P., Coconut-Fiber-Reinforced Rubber Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 37, 2645-2659, (1989).
- BASU, D.; BANERJEE, A. N. & MISRA, A., Comparative Rheological Studies on Jute-Fiber-and-Glass-Fiber-Filled Polypropylene Composites Melts, *Journal of Applied Polymer Science*, 46, 1999-2009, (1992).
- BATAILLE, P.; RICARD, L. & SAPIEHA, S., Effects of Cellulose Fibers in Polypropylene Composites, *Polymer Composites*, 10, 103-108, (1989).
- BATAILLE, P.; ALLARD, P.; COUSIN, P. & SAPIEHA, S., Interfacial Phenomena in Cellulose/Polyethylene Composites, *Polymer Composites*, 11, 301-304, (1990).
- BATISTA, W. W., Desenvolvimento de Compósitos Poliéster/Sisal. Relatório de Iniciação Científica, CNPq - RHAE, Departamento de Engenharia de Materiais, UFPB, Campina Grande, (1990).
- BLASS, A., Processamento de Polímeros, 2a. ed., Editora da UFSC, (1988).
- BRYDSON, J. A., *Plastics Materials*, Butterworth Scientific, 4ª edição, London, (1982).

- CHAWLA, K. K.; AVILLES, R. R.; RODRIGUES, R. R.; SÁ, A. C. M.; SERRA, R. G. & CAVADAS, L. G. P. L., Comportamento Mecânico dos Conjugados de Resina Poliéster e Fibras de Carbono, Kevlar-29, Sisal e Vidro, *Revista Brasileira de Tecnologia*, 9, 79-99, (1978).
- CHUNG, F. H., Unified Theory and Guidelines on Adhesion, *Journal of Applied Polymer Science*, 1319 - 1331, (1991).
- CLARK, R. A. & ANSELL, M. P., Jute and Glass Fibre Hybrid Laminates, *Journal of Materials Science*, 21, 269-276, (1986).
- D'ALMEIDA, J. R. M., Propriedades Mecânicas de Fibras de Juta, *Ciência e Cultura*, 39(11), 1032 - 1025, (1987).
- FLINN, R. & TROJAN, P., *Engineering Materials and their Applications*, Houghton Mifflin Company, Boston, (1981).
- GEETHAMMA, V. G.; JOSEPH, R. & THOMAS, S., Short Coir Fiber-Reinforced Natural Rubber Composites: Effects of Fiber Length, Orientation, and Alkali Treatment, *Journal of Applied Polymer Science*, 55, 583-594, (1995).
- GEORGE, J.; BHAGAWAN, S. S.; PRABHAKARAN, N. & THOMAS, S., Short Pineapple-Leaf-Fiber-Reinforced Low-Density Polyethylene Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 57, 843-854, (1995).
- GHOSH, P. & GANGULY, P. K., Polyacrylonitrile ( PAN )-Grafted Jute Fibers: Some Physical and Chemical Properties and Morphology, *Journal of Applied Polymer Science*, 52, 77-84, (1994).
- GIULIANO, F.; KATO, H.; TSUKADA, M.; ALLARA, G. & SHIOZAKI, H., Physical Properties and Dyeability of NaOH-Treated Silk fibers, *Journal of Applied Polymer Science*, 55, 481-487, (1995).
- HAGE Jr., E., *Compósitos e Blendas Poliméricas*, Campinas, Instituto Latino Americano e IBM, (1989).
- HEDENBERG, P. & GATENHOLM, P., Conversion of Plastic/Cellulose Waste into Composites. I. Model of the Interphase, *Journal of Applied Polymer Science*, 56, 641-651, (1995).
- HULL, D., *An Introduction to Composite Materials*, Cambridge University Press, Cambridge, (1981).
- IDRIS ALI, K. M.; UDDIN, M. K.; BHUIYAN, M. I. U. & KHAN, M. A., Improvement of Jute Fiber Through Ultraviolet-Cured Films of Urethane Acrylate, *Journal of Applied Polymer Science*, 54, 303-308, (1994).

- JOSEPH, K.; THOMAS, S.; PAVITHRAN, C. & BRAHMAKUMAR, M., Tensile Properties of Short Sisal Fiber-Reinforced Polyethylene Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 47, 1731-1739, (1993).
- KARMARKER, A. C. & CLEMONS, C. M., Water Absorption and Load Transferring Mechanisms in Polypropylene Reinforced with Lignocellulosic Fibers, *ANTEC*, 2091-2095, (1995).
- KARMARKER, A. C. & HINRICHSEN, G., Processing and Characterization of Jute Fiber Reinforced Thermoplastic Polymer, *Polym. - Plasti. Technol. Eng.*, 30, 609-629, (1991).
- MAITI, S. N. & HASSAN, M. R., Melt Rheological Properties of Polypropylene-Wood Flour Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 37, 2019-2032, (1989).
- MALDAS, D.; KOKTA, B. V. & DANEALU, C., Influence of Coupling Agents and Treatments on the Mechanical Properties of Cellulose Fiber-Polystyrene Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 37, 751-775, (1989).
- MANO, E. B., *Introdução à Polímeros*, Editora Edgard Blucher Ltda., São Paulo, (1985).
- MCLAUGHLIN, E. C., The Strength of Bagasse Fibre-Reinforced Composites, *Journal of Materials Science*, 15, 886-890, (1980).
- MENDES, T. M. F. F., *Propriedades de Resistência à Tração e ao Impacto de Compósitos Poliéster/Sisal - Um estudo Comparativo*, Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN, (1992).
- MILES, D. C. & BRISTON, J. H., *Tecnologia dos Polímeros*, Editora da Universidade de São Paulo, (1975).
- - MORASSI, O. J. , *Fibras Naturais - Aspectos Gerais e Aplicação na Indústria Automobilística*, 11<sup>o</sup> Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais - CBCIMAT, 1259-1262, (1994).
- GORKIEWICZ, R. (Editor) - *Thermoplastics Properties and Design*, John Wiley & Sons, New York, (1974).
- PAL, P. K., *Jute Reinforced Plastics: A Low Cost Composite Material*, *Plastics and Rubber Processing and Applications*, 4, 215-219, (1984).
- PRASAD, S. V.; PAVITHRAN, C. & ROHATGI, P. K., Alkali Treatment of Coir Fibres for Coir-Polyester Composites, *Journal of Materials Science*, 18, 1443-1454, (1983).
- RABELLO, M. S., *Comportamento Mecânico de Compósitos Polipropileno/Atapulgita: Um Estudo Comparativo*, Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal da Paraíba - UFPB, Campina Grande, 1989.

- RABELLO, M. S.; CARVALHO, L. H.; BATISTA, W. W. & MEDEIROS, T. G., Desenvolvimento de Compósitos de Poliéster Insaturado com Fibras de Vidro e Sisal, I Congresso Brasileiro de Polímeros, São Paulo, 439 - 443, (1991).
- RAJ, R. G.; KOKTA, B. V.; MALDAS, D. & DANEALU, C., Use of Wood Fiber in Thermoplastics. VII. The Effect of Coupling Agents in Polyethylene-Wood Fiber Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 37, 1089-1103, (1989a).
- RAJ, R. G.; KOKTA, B. V. & DANEALU, C., Effect of Fiber Treatment on Mechanical Properties of Polypropylene-Wood Fiber Composites, *Micromol. Chem., Macromol. Symp.*, 28, 187-202, (1989b).
- RAJ, R. G.; KOKTA, B. V. & DANEALU, C., A Comparative Study on the Effect of Aging on Mechanical Properties of LLDPE-Glass Fiber, Mica, and Wood Fiber Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 40, 645-655, (1990).
- RICHARDSON, H. O., *Polymer Engineering Composites*. Applied Science Publishers, London, (1977).
- ROGOVINA, S. Z.; ZHORIN, V. A. & ENIKOLOPIAN, N. S., Modification of Cellulose in Conditions of Plastic Flow Under Pressure, *Journal of Applied Polymer Science*, 57, 439-447, (1995).
- SAIN, M. M. & KOKTA, B. V., Polyolefin-Wood Filler Composite. I. Performance of m-Phenylene Bismaleimide-Modified Wood Fiber in Polypropylene Composite, *Journal of Applied Polymer Science*, 54, 1545-1559, (1994).
- SAMAL, R. K. & BIHUYAN, B. L., Chemical Modification of Lignocellulosic Fiber I. Functionality Changes and Graftcopolymerization of Acrylonitrile onto Pineapple Leaf Fibers; Their Characterization and Behavior, *Journal of Applied Polymer Science*, 52, 1675-1685, (1989).
- SANADI, A. R.; CAULFIELD, D. F. & ROWELL, R. M., Reinforcing Polypropylene With Natural Fibers, *Plastics Engineering*, 27-28, April (1994).
- SATYANARAYANA, K. G.; SUKUMARAN, K.; KULKARNI, A. G.; PILLAI, S. G. K. & ROHATGI, P. K., Fabrication and Properties of Natural Fibre-Reinforced Polyester Composites, *Journal of Materials Science*, 18, 1443-1454, (1986).
- SEMSARZADEH, M. A. & AMIRI, D., Binder for Jute-Reinforced Unsaturated Polyester Resin, *Polymer Engineering and Science*, 25, 618-619, (1985).
- SENGUPTA, P. K. & SINHA, A. K., Tensile Behavior of Adhesive Bonded Jute Nonwovens, *Textile Research Journal*, 62, 457-462, (1992).
- SHAH, A. N. & LAKKAD, S. C., Mechanical Properties of Jute-Reinforced Plastics, *Fibre Science and Technology*, 15, 41-46, (1981).

- SIKDAR, B., BASAK, R. K. & MITRA, B. C., Studies on Graft Copolymerization of Acrylonitrile onto Jute Fiber with Permanganate Ion Initiation System in Presence of Air, *Journal of Applied Polymer Science*, 55,1673-1682, (1995).
- SRIDHAR, M. K.; BASAVARAPPA, G.; KASTURI, S. G. & BALASUBRAMANIAN, N., Mechanical Properties of Jute-Polyester Composites, *Indian Journal of Tecnology*, 22, 213-215, (1984).
- THEOCARIS, P., The Adhesion Quality and The Extend of the Mesophase in Particulates, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, v.3, 204 - 231, (1984).

**ANEXO 01**

**Tabela 01 - Propriedades mecânicas do poliéster sem reforço e com 1 e 2 camadas de fibra**

NÚMERO DE CAMADAS	TEOR DE FIBRA (%)	TIPO DE TRATAMENTO	RES. A TRAÇÃO (MPa)	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	DEFORMAÇÃO (%)	MÓDULO DE FLEXÃO (MPa) ? GPa ?
-	0	-	46,76 ± 1,2	617,89 ± 14,3	8,97 ± 0,4	2,87
1	8,48	Sem	27,48 ± 1,4	571,08 ± 26,2	5,35 ± 0,5	2,83
2	16,46	Tatamento	29,68 ± 3,0	675,95 ± 27,4	4,37 ± 0,3	3,64
1	8,70	Isocianato	39,10 ± 2,2	842,20 ± 38,7	4,70 ± 0,3	3,14
2	17,32	10%	41,05 ± 3,9	965,10 ± 23,1	4,40 ± 0,4	3,90
1	8,50	Uretano	34,50 ± 2,8	844,20 ± 53,0	4,10 ± 0,3	3,13
2	17,84	10%	36,40 ± 3,7	948,40 ± 57,7	3,90 ± 0,4	3,83
1	8,90	PVAc	31,84 ± 2,3	617,98 ± 29,1	5,49 ± 0,3	4,88
2	-	10%	29,88 ± 3,0	620,99 ± 72,9	4,98 ± 0,4	3,15
1	8,20	A. Maleico	27,39 ± 2,5	620,63 ± 23,5	3,84 ± 0,8	-
2	16,40	2%	28,40 ± 0,8	879,50 ± 40,9	3,30 ± 0,1	3,48

**Tabela 02 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras tratadas superficialmente com isocianato**

NÚMERO DE CAMADAS	TEOR E TRATAMENTO (%)	RES. A TRAÇÃO (MPa)	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	DEFORMAÇÃO (%)	MÓDULO DE FLEXÃO (GPa)
1	0	27,48 ± 1,4	571,08 ± 26,2	5,35 ± 0,6	2,83
	5	35,66 ± 1,6	645,41 ± 54,0	5,56 ± 0,2	2,70
	10	39,10 ± 2,2	842,20 ± 38,8	4,70 ± 0,3	3,14
	20	30,94 ± 3,2	669,20 ± 38,9	5,04 ± 0,6	2,99
	35	27,91 ± 2,9	568,03 ± 28,6	4,98 ± 0,4	-
2	0	29,65 ± 3,0	675,95 ± 27,4	4,37 ± 0,3	3,64
	5	38,14 ± 1,8	787,62 ± 17,8	5,30 ± 0,3	3,64
	10	41,05 ± 3,8	965,10 ± 25,1	4,40 ± 0,4	3,90
	20	40,96 ± 3,7	754,32 ± 28,6	5,88 ± 0,5	3,76
	35	29,15 ± 2,1	597,75 ± 22,7	5,09 ± 0,2	-



**Tabela 03 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras tratadas superficialmente com uretano**

NÚMERO DE CAMADAS	TEOR DE TRATAMENTO (%)	RES. A TRAÇÃO (MPa)	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	DEFORMAÇÃO (%)	MÓDULO DE FLEXÃO (GPa)
1	0	27,48 ± 1,4	571,08 ± 26,2	5,35 ± 0,6	2,83
	5	35,25 ± 3,5	575,04 ± 33,6	6,00 ± 0,6	2,64
	10	34,50 ± 2,8	844,20 ± 53,0	4,10 ± 0,3	3,13
	20	31,70 ± 3,1	619,85 ± 30,8	5,34 ± 0,5	2,99
	35	27,21 ± 2,1	603,78 ± 27,2	4,70 ± 0,2	-
2	0	29,65 ± 3,0	675,95 ± 27,4	4,37 ± 0,3	3,64
	5	35,28 ± 2,7	689,79 ± 26,6	5,36 ± 0,3	3,67
	10	36,40 ± 3,7	948,40 ± 57,7	3,90 ± 0,4	3,84
	20	33,35 ± 1,4	654,09 ± 26,8	5,51 ± 0,4	3,27
	35	24,53 ± 1,8	561,46 ± 41,1	4,58 ± 0,3	-

**Tabela 04 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras tratadas superficialmente com PVAC**

NÚMERO DE CAMADAS	TEOR DE TRATAMENTO (%)	RES. A TRAÇÃO (MPa)	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	DEFORMAÇÃO (%)	MÓDULO DE FLEXÃO (GPa)
1	0	27,48 ± 1,4	571,08 ± 26,2	5,35 ± 0,6	2,83
	10	31,84 ± 2,2	617,98 ± 25,1	5,49 ± 0,3	2,40
	20	34,74 ± 1,0	602,92 ± 10,5	6,13 ± 0,2	4,88
2	0	29,68 ± 3,0	675,95 ± 27,4	4,37 ± 0,3	3,64
	10	29,88 ± 3,0	620,99 ± 72,9	4,99 ± 0,4	3,40
	20	34,24 ± 1,6	681,52 ± 58,2	5,19 ± 0,2	3,15

**Tabela 05 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras tratadas superficialmente com anidrido maleico**

NÚMERO DE CAMADAS	TEOR DE TRATAMENTO (%)	RES. A TRAÇÃO (MPa)	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	DEFORMAÇÃO (%)
1	0	27,48 ± 1,4	571,08 ± 26,2	5,35 ± 0,6
	2	27,39 ± 2,5	620,63 ± 23,5	3,84 ± 0,8
2	0	29,68 ± 3,0	675,95 ± 27,4	4,37 ± 0,3
	2	28,40 ± 0,9	879,50 ± 40,9	3,30 ± 0,1

**Tabela 06 - Propriedades mecânicas do compósitos com fibras pré-lavadas com detergente**

NÚMERO DE CAMADAS	TEMPO DE PRÉ-LAVAGEM (min)	RES. A TRAÇÃO (MPa)	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	DEFORMAÇÃO (%)	MÓDULO DE FLEXÃO (GPa)
1	0	27,48 ± 1,4	571,08 ± 26,2	5,35 ± 0,6	2,83
	15	31,98 ± 2,4	643,23 ± 22,6	5,57 ± 0,4	2,94
	60	30,19 ± 1,4	612,26 ± 28,9	5,28 ± 0,1	2,99
2	0	29,68 ± 3,0	675,95 ± 27,4	4,37 ± 0,3	3,64
	15	-	-	-	-
	60	30,56 ± 3,8	709,20 ± 33,4	4,78 ± 1,8	3,74

**Tabela 07 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras pré-lavada com NaOH**

NÚMERO DE CAMADAS	TEMPO DE PRÉ-LAVAGEM (h)	RES. A TRAÇÃO (MPa)	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	DEFORMAÇÃO (%)	MÓDULO DE FLEXÃO (GPa)
1	0	27,48 ± 1,4	571,08 ± 26,2	5,35 ± 0,6	2,83
	24	27,50 ± 1,0	585,51 ± 20,1	4,88 ± 0,3	2,85
	48	27,53 ± 2,1	592,58 ± 21,1	4,92 ± 0,3	3,06
	72	27,86 ± 2,3	619,20 ± 22,2	4,96 ± 0,4	2,98
	96	24,58 ± 1,6	588,33 ± 46,2	4,42 ± 0,2	-

**Tabela 08 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras pré-lavadas com e sem tratamento**

TEMPO DE PRÉ-LAVAGEM (min)	TIPO DE FIBRA	RES. A TRAÇÃO (MPa)	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	DEFORMAÇÃO (%)	MÓDULO DE FLEXÃO (GPa)
0	Sem Tratamento	27,48 ± 1,4	571,08 ± 26,2	5,35 ± 0,6	2,83
15		31,98 ± 2,4	643,23 ± 22,6	5,57 ± 0,4	2,94
60		30,19 ± 1,4	612,26 ± 28,9	5,28 ± 0,1	2,99
0	Tratada Com Isocianato	30,94 ± 11,6	669,87 ± 29,9	5,04 ± 0,6	2,99
15		33,34 ± 1,6	618,98 ± 24,7	5,73 ± 0,3	2,70
60		32,53 ± 2,9	650,03 ± 25,0	5,43 ± 0,5	2,93
0	Tratada Com Uretano	31,70 ± 3,1	619,85 ± 31,0	5,34 ± 0,5	2,99
15		30,01 ± 2,7	574,64 ± 32,5	5,78 ± 0,5	2,89
60		34,16 ± 4,2	593,44 ± 38,9	6,25 ± 0,7	2,60
0	Tratada Com PVAc	34,74 ± 1,0	602,92 ± 10,5	6,13 ± 0,2	4,88
15		30,97 ± 0,8	632,72 ± 33,6	5,20 ± 0,2	2,83
60		35,74 ± 3,5	640,44 ± 7,8	6,24 ± 0,7	2,91
0	Tratada Com A. Maleico	27,39 ± 2,5	620,63 ± 23,5	3,84 ± 0,8	-
15		30,04 ± 2,5	592,10 ± 20,5	5,90 ± 0,4	2,90
60		23,86 ± 8,7	594,12 ± 63,1	4,25 ± 1,3	2,96

**Tabela 09 - Propriedades mecânicas dos compósitos que empregaram poliéster tenacificado com isocianato e uretano, e poliéster puro**

NÚMERO DE CAMADAS	TIPO DE POLIÉSTER	RESISTÊNCIA À TRAÇÃO (MPa)	MÓDULO DE YOUNG (MPa)	DEFORMAÇÃO (%)
0	Puro	46,75 ± 1,2	617,89 ± 14,3	8,97 ± 0,4
	Com Isocianato	44,82 ± 0,3	618,93 ± 11,9	11,92 ± 1,3
	Com Uretano	42,75 ± 0,6	585,58 ± 12,7	9,32 ± 0,3
1	Puro	27,48 ± 1,4	571,08 ± 26,2	5,35 ± 0,6
	Com Isocianato	41,21 ± 1,4	688,61 ± 14,6	6,57 ± 0,2
	Com Uretano	36,21 ± 2,4	697,96 ± 43,4	5,29 ± 0,3
2	Puro	29,68 ± 2,9	675,95 ± 27,4	4,37 ± 0,3
	Com Isocianato	41,05 ± 4,4	753,22 ± 23,8	6,02 ± 0,6
	Com Uretano	36,00 ± 1,9	717,47 ± 42,1	5,18 ± 0,3

**ANEXO 02**

## D638M PLASTIC TENSILE TEST RESULTS

RENCE 1 : POLIESTER PURO                    TEST SPEED : .5 mm/min  
 RENCE 2 : SEM JUTA                         SAMPLE LENGTH : 55 mm  
 RENCE 3 : AMOSTRA K3                      SAMPLE WIDTH : 13.9 mm  
 TESTED : 01-01-80

No.	THICKNESS (mm)	PEAK LOAD (kgf)	TENSILE STRENGTH (kgf/mm)	ELONGATION (%)	YOUNGS MODULUS (kgf/mm)	EXT à YIELD POINT (kgf/mm)
	3.0400	204.40	4.8372	9.2545	62.268	9.2545

47,44 MPa

630,66 MPa

ST No.	STRESS à 1 % (kgf/mm)	STRESS à 1.3 % (kgf/mm)	STRESS à 1.6 % (kgf/mm)	STRESS à 1.8 % (kgf/mm)	STRESS à 2 % (kgf/mm)
	0.2866	0.3951	0.5109	0.6051	0.7121

Stress / Strain Plot of test 1

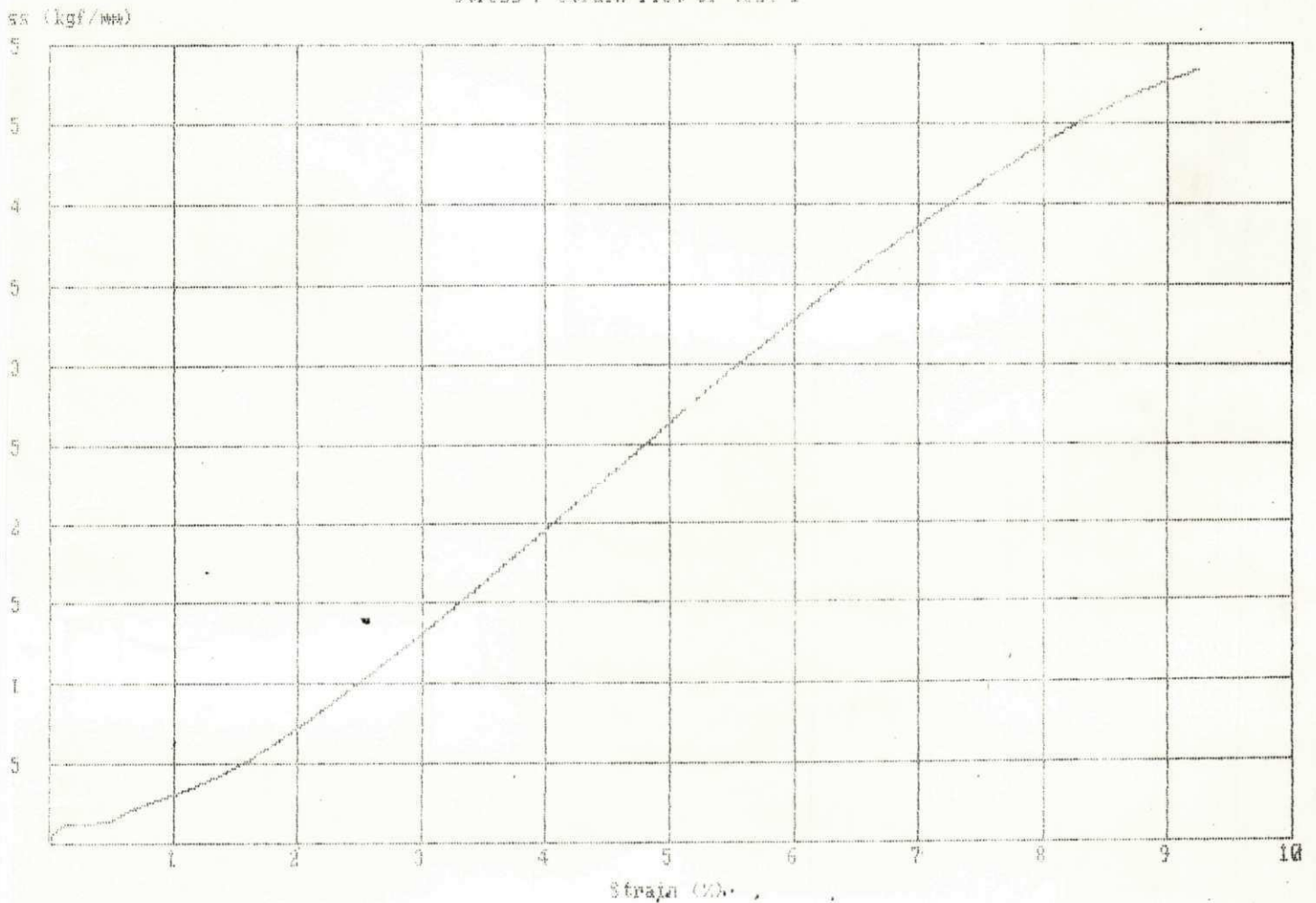


Figura 1 - Curva tensão versus deformação do poliéster puro

## D638M PLASTIC TENSILE TEST RESULTS

REFERENCE 1 : POLIESTER +ISO. 10%      TEST SPEED : .5 mm/min  
 REFERENCE 2 : SEM JUTA                  SAMPLE LENGTH : 55 mm  
 REFERENCE 3 : AMOSTRA L3                SAMPLE WIDTH : 13.5 mm  
 DATE TESTED : 01-01-80

TEST No.	THICKNESS (mm)	PEAK LOAD (kgf)	TENSILE STRENGTH (kgf/mm)	ELONGATION (%)	YOUNG'S MODULUS (kgf/mm)	EXT. @ YIELD POINT (kgf/mm)
1	3.2690	203.20	4.6044	12.273	63.986	9.2182

TEST No.	STRESS @ 1 % (kgf/mm)	STRESS @ 1.3 % (kgf/mm)	STRESS @ 1.6 % (kgf/mm)	STRESS @ 1.8 % (kgf/mm)	STRESS @ 2 % (kgf/mm)
1	0.2998	0.4243	0.5533	0.6512	0.7595

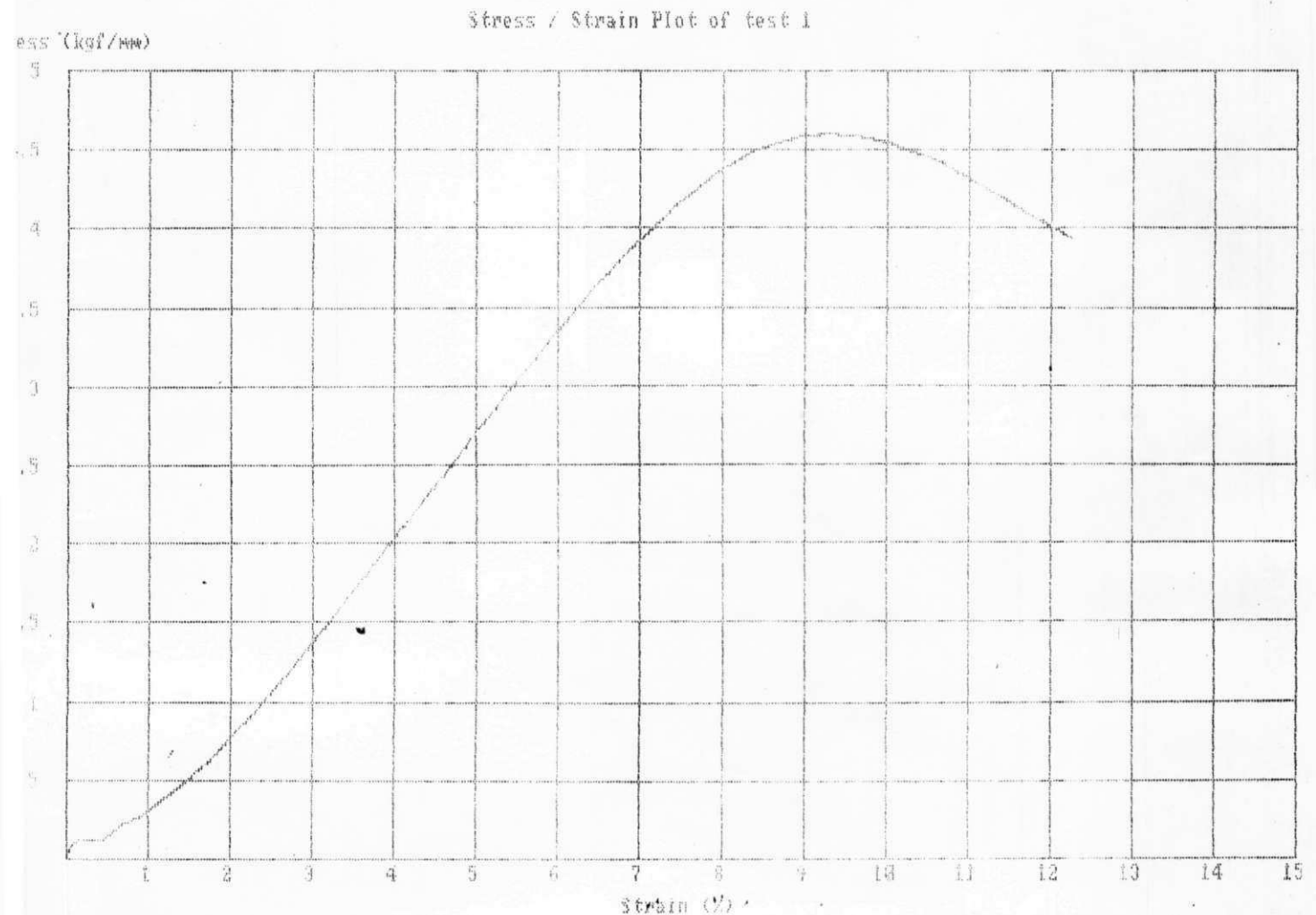


Figura 2 - Curva tensão versus deformação do poliéster modificado com isocianato

## D638M PLASTIC TENSILE TEST RESULTS

REFERENCE 1 : POLIESTER + URET. 10%      TEST SPEED : .5 mm/min  
 REFERENCE 2 : SEM JUTA                      SAMPLE LENGTH : 55 mm  
 REFERENCE 3 : AMOSTRA M5                 SAMPLE WIDTH : 13.5 mm  
 TESTED : 01-01-80

T No.	THICKNESS (mm)	PEAK LOAD (kgf)	TENSILE STRENGTH (kgf/mm)	ELONGATION (%)	YOUNG'S MODULUS (kgf/mm)	EXT @ YIELD POINT (kgf/mm)
1	3.0990	186.60	4.4602	9.6364	61.546	9.5818

TEST No.	STRESS @ 1 % (kgf/mm)	STRESS @ 1.3 % (kgf/mm)	STRESS @ 1.6 % (kgf/mm)	STRESS @ 1.9 % (kgf/mm)	STRESS @ 2 % (kgf/mm)
1	0.3141	0.4430	0.5863	0.6894	0.7986

Stress / Strain Plot of test 1

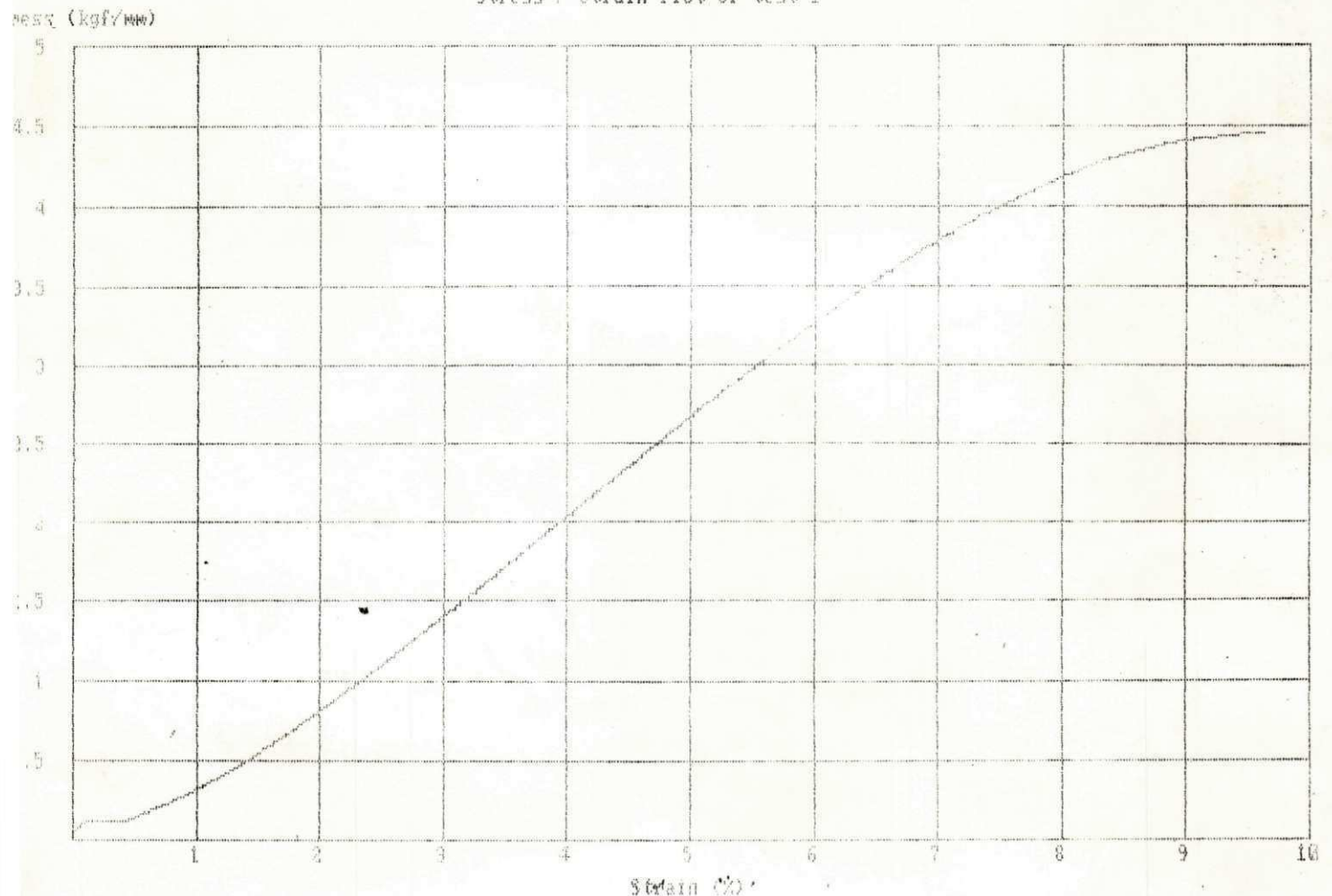


Figura 3 - Curva tensão versus deformação do poliéster modificado com uretano