

KELLY CRISTINA COELHO DE CARVALHO BENINI

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS
POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS:
HIPS/FIBRA DA CASCA DO COCO VERDE E
BAGAÇO DE CANA DE AÇÚCAR

Dissertação apresentada à Faculdade de
Engenharia do Campus de Guaratinguetá,
Universidade Estadual Paulista, para a
obtenção do título de Mestre em Engenharia
Mecânica na área de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald
Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Maria Odila Hilário Cioffi

Guaratinguetá
2011

B467d

Benini, Kelly Cristina Coelho de Carvalho

Desenvolvimento e caracterização de compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas:HIPS/fibra da casca do coco verde e bagaço de cana de açúcar / Kelly Cristina Coelho de Carvalho Benini – Guaratinguetá : [s.n], 2011.

125 f. : il.

Bibliografia: f. 106-113

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2011.

Orientador: Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald

Coorientadora: Prof^a Dr^a Maria Odila Hilário Cioffi

1. Materiais compostos 2. Poliestireno 3. Bagaço de cana I. Título


CDU 620.1

KELLY CRISTINA COELHO DE CARVALHO BENINI

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA”

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS


APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO


Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. HERMAN JACOBUS CORNELIS VOORWALD
Orientador / Unesp-Feg


Prof. Dr. GEORGE JACKSON DE MORAIS ROCHA
EEL/USP


Prof. Dr. LAURA HECKER DE CARVALHO
UFCC

Fevereiro de 2011

DADOS CURRICULARES

KELLY CRISTINA COELHO DE CARVALHO BENINI

NASCIMENTO	20.02.1984 – GUARATINGUETÁ / SP
FILIAÇÃO	Rubens Inácio de Carvalho Luiza Gonzaga Coelho de Carvalho
1999/2001	Curso Técnico em Mecânica Industrial, no Colégio Técnico Industrial de Guaratinguetá-UNESP.
2004/2008	Curso de Graduação em Engenharia de Materiais, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.
2009/2011	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.

...à milha família, pelo grande incentivo, carinho e por estarem sempre do meu lado.

AGRADECIMENTOS

À Deus por tudo,

ao meu orientador Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald, por todo apoio e dedicação;

à minha co-orientadora Prof.^a Dr.^a Maria Odila Hilário Cioffi, pela efetiva orientação, dedicação, confiança e oportunidade de desenvolver este trabalho;

à Prof.^a Dr.^a Daniella Regina Mulinari pelo grande incentivo e motivação;

aos amigos do Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos pelo constante apoio e amizade,

ao meu marido Wilson, pelo incentivo, companheirismo, carinho, paciência e amor;

aos técnicos do Departamento de Materiais e Tecnologia – FEG/UNESP - Manoel Francisco dos Santos Filho e Domingos Hasmann Neto, pelo apoio e dedicação nas diversas etapas desse trabalho;

aos Professores George J. M. Rocha, Adilson R. Gonçalves, Antônio Del'Arco e Silvia Bettini pela colaboração e por ajudarem na viabilidade experimental deste trabalho;

ao Professor Paulo Suzuki, pela colaboração nas análises de difratometria de Raios X e à técnica Cibele Rosa Oliveira pelas análises de FTIR;

às alunas de pós-graduação Cirlene Fourquet Bandeira, Aline Cristina Pereira e Andressa Cecília Milanese, pela colaboração nas análises térmicas;

ao INPE, na pessoa de Maria Lucia Brison de Mattos, pela possibilidade de realizar as análises por microscopia eletrônica de varredura;

à Videolar, pelo fornecimento do polímero.;

à Fibrel Luminárias Anticorrosivas pela doação das luminárias.

Este trabalho contou com apoio das seguintes entidades:

- CAPES – através do PROGRAMA DE DEMANDA SOCIAL – PDS.
- FAPESP – através do contrato nº 2009/02687-8

“Bom mesmo é ir à luta com determinação, abraçar a vida e viver com paixão, perder com classe e vencer com ousadia, pois o mundo pertence a quem se atreve... E a vida é “muito” para ser insignificante”

(Charles Chaplin)

BENINI, K.C.C.C. Desenvolvimento e caracterização de compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas: HIPS/fibras da casca de coco verde e bagaço de cana de açúcar. 2011. 124f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

RESUMO

No presente trabalho foram desenvolvidos compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais provenientes da casca do coco verde e do bagaço de cana de açúcar. O poliestireno de alto impacto (HIPS) foi utilizado como matriz termoplástica, tendo em vista seu baixo custo e sua temperatura de processamento menor que a temperatura de degradação da fibra. Devido à falta de compatibilização química das fibras com a matriz, as fibras lignocelulósicas foram tratadas quimicamente pelos tratamentos de mercerização seguido de branqueamento com clorito de sódio. As fibras nas condições “*in natura*”, mercerizadas e branqueadas foram caracterizadas pelas técnicas de difração de raios X, análise termogravimétrica (TGA), análise da composição química e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Após a caracterização as fibras mercerizadas e branqueadas foram misturadas com o HIPS, nas proporções de 10, 20 e 30% (m/m). As misturas foram realizadas em um misturador termocinético e, em seguida, foram injetadas para a confecção de corpos de prova de tração e flexão. Os compósitos foram caracterizados pelas técnicas de análise térmica, ensaios mecânicos de tração e flexão, exposição ao intemperismo acelerado, microscopia eletrônica de varredura e microscopia óptica. Os tratamentos químicos proporcionaram a redução de alguns componentes amorfos das fibras, causando alterações na superfície das mesmas. A adição das fibras tratadas quimicamente à matriz de HIPS proporcionou aumento nos módulos elásticos em tração e em flexão dos compósitos sem alterar suas respectivas resistências mecânicas. A exposição ao

intemperismo provocou a redução das propriedades mecânicas dos compósitos afetando mais intensamente as fibras naturais. Foi possível obter materiais mais rígidos e menos deformáveis, com até 30% (m/m) de fibras, que apresentaram propriedades térmicas e mecânicas adequadas para aplicações, em que o HIPS é utilizado, a custo mais baixo e onde o custo e o módulo sejam mais importantes que a ductilidade do produto.

PALAVRAS-CHAVE: poliestireno de alto impacto, fibras da casca do coco verde, fibras de bagaço de cana de açúcar

BENINI, K.C.C.C. Development and characterization of polymeric composites reinforce with lignocelulosic fibers: HIPS/ green coconut husk and sugarcane bagasse fibers. 2011. 125f. Thesis (Master in Mechanical Engineering) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2010.

ABSTRACT

In this work we developed polymer composites reinforced with natural fibers from green coconut husks and sugar cane bagasse. High impact polystyrene was used as the thermoplastic matrix, considering its low cost and processing temperature which is below the fiber degradation temperature. Due to lack of chemical compatibility between fiber and matrix, the lignocellulosic fibers were chemically treated by mercerization followed by bleaching with sodium chlorite. The untreated, mercerized and bleached fibers were characterized by of X ray diffraction, thermogravimetric analysis (TGA), chemical composition analysis, and scanning electron microscopy (SEM). After characterization, the mercerized and bleached fibers were mixed with HIPS, in ratios of 10, 30 and 30% (w/w). The mixture was performed in a termokinetic mixer and samples prepared by injection molding. The composites were characterized by thermal analysis, tensile testing, aging by accelerated weathering exposure and scanning electron microscopy (SEM). Results showed that the chemical treatments adopted reduced the amount of some amorphous components of the fibers, causing changes in the fibers' surface. The addition of chemically treated fibers in the HIPS matrix increased the elastic modulus in tension and flexion of the composite without affecting their mechanical strength. Aging by exposure to weathering caused a decrease of the composites' mechanical properties affecting natural fiber reinforced more intensely. It was possible to obtain a more rigid and less deformable material with up to 30% fiber content which was exhibited thermal and mechanical properties

viable for applications in which HIPS is used at low cost and where a high ductility is not a necessary characteristic.

KEYWORDS: high impact polystyrene, green coconut husk fibers, sugarcane bagasse fiber

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1- Vista transversal da estrutura da fibra vegetal: (1-3) paredes secundárias (S1, S2 e S3); (4) lúmen; (5) parede primária e (6) parede intermediária.....	23
Figura 2.2 - Estrutura molecular da celulose (celobiose) (FENGEL; WEGENER,1989).	24
Figura 2.3 - Representação de algumas estruturas de unidade de monossacarídeos presentes na hemicelulose (FENGEL; WEGENER,1989).	25
Figura 2.4 - Unidades presentes na lignina: (a) para-hidroxifenila, (b) guaiacila e (c) siringila (FENGEL;WEGENER,1989).	26
Figura 2.5 - Seção transversal do fruto do coqueiro (ESMERALDO, 2006).	27
Figura 2.6 - Curvas tensão x deformação para polímeros frágeis (curva A), plásticos (curvaB) e altamente elásticos (elastoméricos) (curva C) (CALLISTER,2006). .	34
Figura 2.7 - Representação esquemática do dispositivo de ensaio de flexão em três pontos (CANEVAROLO, 2004).	35
Figura 3.1 - Fluxograma esquemático da metodologia empregada neste trabalho.	39
Figura 3.2 - Frutos de coco obtidos após o consumo de sua água.	40
Figura 3.3 - Luminária modelo LFA fornecida pela empresa Fibrel Luminárias Anticorrosivas.....	41
Figura 3.4 Processo de laminação para obtenção da luminária utilizada em frigorífico.	42
Figura 3.5 - Vista do tratamento de mercerização das fibras.	42
Figura 3.6 - Difratograma de raios X com as indicações dos picos referentes as partes cristalina e amorfa do material.	44
Figura 3.7 - Detalhe da cápsula de mistura: (a) fibras e HIPS antes da mistura; (b) fibras e HIPS após a mistura	46
Figura 3.8 - Detalhe da calandra e da mistura resfriada em água.	47
Figura 3.9 - (a) Moinho granulador; (b) compósito moído	48
Figura 3.10 - Máquina Injetora Battenfeld HM 60/350.	48
Figura 3.11 - Câmara de intemperismo acelerado marca QUV.	49
Figura 3.12 - Corpo de prova de tração: (a) Norma ASTM D630, tipo I e (b) Norma ASTM 3039.	51
Figura 3.13 - Corpo de prova para ensaio de flexão de acordo com a norma ASTM D790.	52
Figura 3.14 - Esquema das amostras que foram utilizadas para a microscopia óptica.	53
Figura 4.1 - (a) Fibras de coco após extração; (b) Fibras de coco moídas.....	55
Figura 4.2 - (a) Fibras de coco mercerizadas (FCM); (b) Fibras de coco branqueadas (FCB).....	56
Figura 4.3 - (a) Fibras de bagaço após extração; (b) Fibras de bagaço moídas.	56
Figura 4.4 - (a) Fibras de bagaço mercerizadas (FBM); (b) Fibras de bagaço branqueadas (FBB).....	57
Figura 4.5 - Composição química das fibras de bagaço de cana e casca do verde com diferentes tratamentos químicos.	59
Figura 4.6 - Difração de raios X das fibras de coco verde.	60
Figura 4.7 - Difração de raios X das fibras de bagaço de cana.	61

Figura 4.8 - Espectros na região do infravermelho (400-4000 cm^{-1}) das fibras do coco verde.	63
Figura 4.9 - Espectros na região do infravermelho (400-4000 cm^{-1}) das fibras de bagaço de cana.....	64
Figura 4.10 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para as fibras da casca do coco verde, sob atmosfera de N_2	65
Figura 4.11 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para as fibras do bagaço de cana.....	68
Figura 4.12 - MEV das fibras de bagaço de cana: (a) “in natura” 500x, (b) “in natura” 1000x, (c) mercerizada 500x, (d) mercerizada 1000x, (e) branqueada 500x e (f) branqueada 1000x.....	70
Figura 4.13 - MEV das fibras de coco verde: “in natura” (a) 500x, (b)” 1000x,(c) 5000x; mercerizadas (d) 500x, (e) 1000x, (f) 5000x; e branqueadas (g) 500x, (h) 1000x e (i) 5000x.....	71
Figura 4.14 - Gráfico de EDS das partículas globulares presentes nas fibras de coco mercerizadas.	72
Figura 4.15 - HIPS/fibra de bagaço branqueada após o processo de mistura e granulação.....	74
Figura 4.16 - Corpos de prova de tração (tipo I) dos compósitos com 10, 20 e 30% de fibra: (a) HIPS/FCT, (b) HIPS/FCB, (c) HIPS/FBM e (d) HIPS/FBB.	74
Figura 4.17 - Corpos de prova de flexão dos compósitos com 10, 20 e 30% de fibra de coco e bagaço.	74
Figura 4.18 - Corpo de prova do compósito HIPS/10FBB. Em destaque a distribuição de fibras na matriz observadas olho nu.	75
Figura 4.19 - Imagens de microscopia óptica dos compósitos: (a) HIPS/10FCM,.....	76
(b) HIPS/20FCM, (c) HIPS/30FCM, (d) HIPS/10FCB, (e) HIPS/20FCB e (f) HIPS/30FCB.....	76
Figura 4.20 - Imagens de microscopia óptica dos compósitos: (a) HIPS/10FBM, (b) HIPS/20FBM, (c) HIPS/30FBM, (d) HIPS/10FBB, (e) HIPS/20FBB e (f) HIPS/30FBB.....	76
Figura 4.21 - Histograma representando a distribuição do diâmetro das fibras no compósito HIPS/20FBB.	78
Figura 4.22 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para os compósitos HIPS/ fibras de coco verde mercerizadas.	79
Figura 4.23 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para os compósitos HIPS/ fibras de coco verde branqueadas.	80
Figura 4.24 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para os compósitos HIPS/ fibras de bagaço mercerizadas.....	82
Figura 4.25 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para os compósitos HIPS/ fibras de bagaço branqueadas.....	83
Figura 4.26 - Espectros de FTIR do HIPS e dos compósitos com fibras de coco.....	85
Figura 4.27 - Espectros de FTIR do HIPS e dos compósitos com fibras de bagaço.....	86
Figura 4.28 - Gráfico Tensão x Deformação para o HIPS e para os compósitos HIPS/fibra de coco verde.....	87
Figura 4.29 - Gráficos comparativos dos valores de resistência à tração (a) e módulo elástico (b) dos compósitos HIPS/ fibras de coco.	88

Figura 4.30 - Gráficos comparativos dos valores de resistência à tração (a) e módulo elástico (b) dos compósitos HIPS/ fibras de bagaço.	89
Figura 4.31 - Corpo de prova após ensaio de flexão. Destaque para as regiões comprimida e tracionada.	92
Figura 4.32 - Resistência à flexão dos compósitos de HIPS com fibras de coco.....	92
Figura 4.33 - Resistência à flexão dos compósitos de HIPS com fibras de bagaço.....	93
Figura 4.34 - Módulo Elástico em flexão dos compósitos de HIPS com fibras de coco.	94
Figura 4.35 - Módulo Elástico em flexão dos compósitos de HIPS com fibras de bagaço.....	94
Figura 4.36 - MEV dos compósitos de HIPS reforçados com: (a) 10%FCM, (b) 20%FCM , (c) 30%FCM, (d) 10%FCB, (e) 20%FCB, (f) 30%FCB.Ampliação 500x.	95
Figura 4.37 - MEV dos compósitos de HIPS reforçados com: (a) 10%FBM, (b) 20%FBM , (c) 30%FBM, (d) 10%FBB, (e) 20%FBB, (f) 30%FBB.Ampliação 500x.	96
Figura 4.38 - MEV da superfície de fratura do HIPS: (a) 100x, (b) e (c) 1000x.	97
Figura 4.39 - Corpos de prova de tração após a exposição ao intemperismo acelerado: (a) HIPS e (b) HIPS/FCB.	98
Figura 4.40 - Gráficos comparativos dos valores de resistência à tração dos compósitos com fibras de (a) coco mercerizadas e (b) bagaço mercerizadas, antes e após o intemperismo.	98
Figura 4.41 - Gráficos comparativos dos valores de módulo elástico em tração dos compósitos com fibras de (a) coco mercerizadas e (b) bagaço mercerizadas, antes e após o intemperismo.	99
Figura 4.42 - Corpos de prova de tração segundo AST D3039 do compósito poliéster/fibra de vidro.	101
Figura 4.43 - Perda de Massa e Picos de degradação do compósito poliéster/fibra de vidro.....	102

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Composição química das fibras lignocelulósicas.....	22
Tabela 2.2 - Classificação das principais técnicas termoanalíticas (CANEVAROLO, 2004).....	36
Tabela 3.1 - Propriedades do HIPS 825, fabricado pela FINA Technology, Inc.	45
Tabela 3.2 - Composição dos sistemas investigados.....	46
Tabela 3.3 - Zonas de aquecimento durante a injeção.	49
Tabela 4.1- Composição química (%) das fibras de bagaço de cana e casca do coco verde.	58
Tabela 4.2 - Índice de cristalinidade das fibras de coco verde e bagaço de cana.	61
Tabela 4.3 - Principais vibrações na região do FTIR observadas nas fibras naturais (TROEDDEC et al., 2008)	62
Tabela 4.4 - Perda de massa e temperaturas de degradação para as fibras de coco.	66
Tabela 4.5 - Perda de massa e temperaturas de degradação para as fibras de bagaço de cana.	69
Tabela 4.6 - Características dimensionais das fibras de coco e bagaço nos compósitos com HIPS.....	77
Tabela 4.7 - Perda de massa e temperaturas de degradação para os compósitos com fibras de coco.....	81
Tabela 4.8 - Perda de Massa e temperaturas de degradação para as fibras de bagaço de cana.....	84
Tabela 4.9 - Principais vibrações na região do FTIR observadas no HIPS (ARAUJO, 2008).....	85
Tabela 4.10 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras de coco.	88
Tabela 4.11 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras de bagaço.	90
Tabela 4.12. Propriedades mecânicas em flexão dos compósitos com fibras de coco e bagaço.....	91
Tabela 4.13 - Comparação entre as propriedades mecânicas dos compósitos com fibras naturais e sintéticas.....	102

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
FC	Fibras de Coco
FB	Fibras de Bagaço
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
TGA	Termogravimetria
DTG	Derivada Termogravimétrica
DRX	Difratometria de Raios X
FTIR	Infravermelho com Transformada de Fourier
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Óptica
HIPS	Poliestireno de Alto Impacto

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	20
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1 Fibras naturais.....	22
2.2 Fibras da casca do coco verde	26
2.3 Fibras do bagaço de cana de açúcar	27
2.4 Compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais	28
2.5 Processos de Obtenção dos compósitos	29
2.6 Tratamentos químicos das fibras lignocelulósicas	30
2.7 Poliestireno de alto impacto (HIPS).....	32
2.8 Comportamento mecânico dos compósitos	33
2.9 Comportamento térmico dos compósitos	35
2.10 Estudo da degradação térmica de polímeros	37
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	39
3.1 Obtenção das fibras de coco e bagaço de cana de açúcar	39
3.2 Reagentes Utilizados	40
3.3 Compósito Poliéster/fibra de vidro.....	41
3.4 Tratamentos químicos das fibras	42
3.5 Análise da composição química das fibras.....	43
3.6 Difractometria de raios X das fibras (DRX)	43
3.7 Matriz Poliestireno de alto impacto (HIPS)	45
3.8 Processos de obtenção dos compósitos	45
3.9 Exposição ao intemperismo acelerado	49
3.10 Análises térmicas das fibras e dos compósitos.....	50
3.11 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	50
3.12 Ensaio mecânicos dos compósitos	51
3.13 Análises fractográficas dos compósitos	52
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	55
4.1 Obtenção e tratamento químico das fibras	55
4.2 Raios X das fibras naturais	59
4.3 FTIR das fibras lignocelulósicas	62
4.4 Análise térmica das fibras	64
4.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	69
4.6 Processo de obtenção dos compósitos.....	73
4.7 Morfologia das fibras no compósito.....	77
4.8 Caracterização Térmica dos compósitos (TGA)	78
4.9 FTIR dos compósitos.....	84
4.10 Ensaio mecânicos dos compósitos	86
4.11 Análise fractográfica dos compósitos.....	95
4.12 Exposição ao Intemperismo Acelerado	97
4.13 Comparação entre os compósitos de fibra natural e o compósito de poliéster/fibra de vidro	100

5 CONCLUSÃO.....	104
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	106
ANEXO A - Dados de produção utilizados na configuração da injetora	114
ANEXO B - Memória de cálculo para determinação da composição química das fibras	116
ANEXO C - Histogramas das distribuições das dimensões das fibras.....	120

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos houve um grande avanço tecnológico no desenvolvimento de materiais compósitos reforçados com fibras naturais. Esse aumento do interesse de grupos de pesquisa e de indústrias em desenvolver e utilizar materiais feitos a partir de matérias primas renováveis se deu principalmente pelo grande apelo mundial para a utilização de produtos naturais e pela preservação do meio ambiente (KHALID et al., 2008; BLEDZKI; MAMUN; VOLK, 2010; MANO et al., 2010).

A utilização de fibras naturais, como uma alternativa às fibras sintéticas, na confecção de produtos comerciais contribuiu com a geração de riquezas e com a redução do impacto ambiental causado pela produção e descarte de bens de consumo já que são materiais abundantes, de fonte renovável e que contribuem para o melhor aproveitamento do potencial agrícola brasileiro. As fibras vegetais podem ser utilizadas como reforços em polímeros termoplásticos, termorrígidos e borrachas devido às suas inúmeras vantagens frente às fibras sintéticas como baixo custo, baixa densidade, biodegradabilidade, baixa abrasividade e não toxicidade (BESSADOK et al., 2009; TROEDEC et al., 2008; SPINACÉ et al., 2009).

Como reforço de polímeros termoplásticos, as fibras naturais conferem uma melhora nas propriedades mecânicas, quando comparado ao polímero puro, além da redução de custo do compósito associada à menor densidade do material. Por outro lado, restringem o uso a polímeros que possuem temperatura de processamento inferior à temperatura de degradação das fibras naturais (Temperatura média de 220°C) (SALEEM et al., 2008; FACCA; KORTSCHOT; YAN, 2007; GEORGOPOULOS et al., 2005; MA; YU; KENNEDY, 2005; HABIBI et al., 2008; ANTICH et al., 2006).

As fibras de coco verde e de bagaço de cana têm sido muito estudadas para a utilização de reforço em polímeros, como por exemplo, o poliéster (VILLAY et al., 2008), o polietileno (BRAHMAKUMAR; PAVITTHRAN; PILLAI, 2005), o polipropileno (BLEDZKI; MAMUN; VOLK, 2010) e polímeros biodegradáveis (ROSA et al., 2009; GUIMARÃES et al., 2009; BARBOSA JR et al., 2010) alterando as propriedades mecânicas destes compostos como resistência à tração e alongação na

ruptura (HARISH et al., 2009).

No presente trabalho a matriz polimérica utilizada foi o poliestireno de alto impacto (HIPS), termoplástico com grande aplicação em componentes industriais, como peças internas e externas de aparelhos eletrônicos, guarda-chuvas, microcomputadores e toda a linha branca de eletrodomésticos. Entretanto, esse polímero é ainda pouco estudado como matriz de compósitos reforçados com fibras naturais (ROVERE; CORREA, 2008).

Dentro deste contexto, o presente trabalho visa o desenvolvimento e a caracterização de compósitos reforçados com fibras da casca do coco verde e do bagaço da cana de açúcar em matriz de poliestireno de alto impacto (HIPS), tendo como objetivo uma possível substituição dos materiais utilizados atualmente para a confecção de luminárias específicas de uso em frigoríficos, normalmente fabricadas em poliéster/fibra de vidro e/ou HIPS.

Para a obtenção do material foram utilizados os processos de mistura, utilizando um misturador termocinético e de moldagem por injeção, de acordo com as seguintes etapas de desenvolvimento e caracterização:

- Caracterização térmica, mecânica e microscópica das fibras de coco e de bagaço de cana;
- Produção dos compósitos HIPS/fibra de coco e HIPS/fibra do bagaço de cana de açúcar por injeção com diferentes proporções de fibras dispersas na matriz polimérica;
- Caracterização térmica, mecânica e microscópica dos compósitos obtidos, do compósito de fibras de vidro/matriz de poliéster e do poliestireno de alto impacto.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Fibras naturais

Atualmente, devido ao grande apelo ambiental para utilização de materiais de fontes renováveis, o uso de fibras naturais em diferentes aplicações tem crescido constantemente. Essas fibras são classificadas de acordo com a fonte de extração em: vegetal, animal ou mineral (WALLENBERGER; WESTON, 2004; HARISH et al., 2009).

Fibras vegetais são constituídas principalmente por celulose, hemicelulose e lignina e são fibras de grande importância comercial, que podem ser aplicadas como reforço em materiais compósitos, na construção civil e como filtro para a retenção de metais pesados (MOHANTY; MISRA; DRZAL, 2005; WALLENBERGER; WESTON, 2004; MANO et al., 2010; GOMES et al., 2007; ALVES et al., 2010).

A composição química das fibras vegetais, também chamadas de fibras lignocelulósicas, assim como a morfologia e as propriedades dependem de fatores como: local extração, idade da planta e condições do solo onde foram cultivadas (MOHANTY; MISRA; DRZAL, 2005; WALLENBERGER; WESTON, 2004).

Na Tabela 2.1 estão descritos os dados de composição química de algumas das principais fibras lignocelulósicas utilizadas como reforço em compósitos poliméricos. Os valores foram obtidos a partir de vários estudos científicos conduzidos por diferentes pesquisadores nos últimos anos.

Tabela 2.1 - Composição química das fibras lignocelulósicas.

Fibra	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Cinzas (%)
Bagaço de cana*	32-48	27-32	19-24	1.5-5
Coco verde**	32-43	0.15-0.25	40-45	-
Banana	63-64	10	5	-
Curaua ***	73	20	1.5	1.0
Sisal*	47-62	21-24	7-9	-
Juta*	41-48	18-22	21-24	0.8

Fonte: MOHANTY;MISRA,DRZAL, 2005; *WALLENBERGER; WESTON, 2004; ** BISMARCK, et al., 2001; ***ARAUJO et al., 2010

Os principais componentes das fibras lignocelulósicas (celulose, hemicelulose e lignina) estão arranjados nas fibras em uma complexa estrutura física. O conhecimento de cada um desses componentes e a forma como estes estão dispostos na estrutura da fibra é de extrema necessidade no desenvolvimento do uso de fibras como reforço em compósitos.

De acordo com a Figura 2.1, cada fibra é formada por um lúmen central cercado por camadas de fibrilas e microfibrilas. O lúmen, responsável por transportar água e nutrientes na planta, é cercado por uma parede primária, três paredes secundárias (S1, S2 e S3), e uma parede intermediária (SILVA et al., 2009; PIETAK et al., 2007).

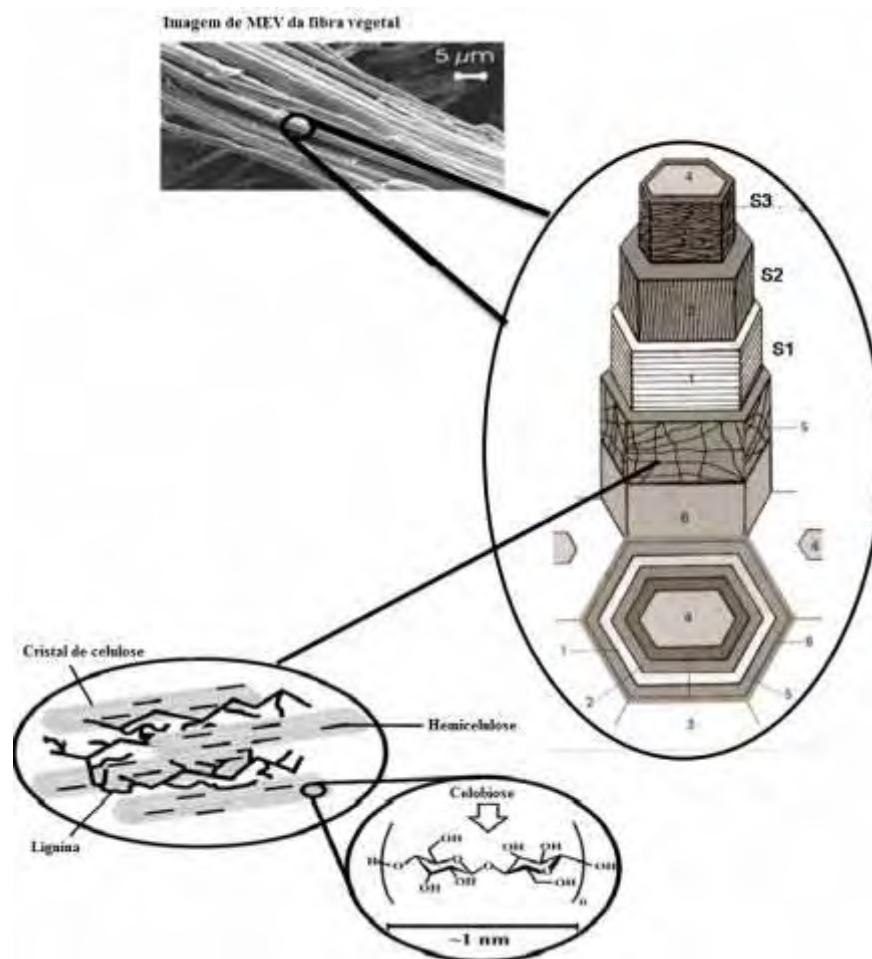


Figura 2.1- Vista transversal da estrutura da fibra vegetal: (1-3) paredes secundárias (S1, S2 e S3); (4) lúmen; (5) parede primária e (6) parede intermediária.

Adaptado de SILVA et al., 2009; PIETAK et al., 2007 e COMEAU; FREDERICTON, 2006.

A parede primária, inicialmente depositada durante o crescimento das células, consiste em um arranjo desordenado de fibrilas de celulose dispostas em uma matriz

de pectina, hemicelulose, lignina e proteínas. As paredes secundárias são compostas por microfibrilas de celulose cristalina organizadas em um arranjo espiral. A camada S2 determina as propriedades mecânicas da fibra e consiste em uma série de microfibrilas, de forma helicoidal de longas cadeias de celulose (SILVA et al., 2009; PIETAK et al., 2007).

Essas microfibrilas estão dispostas em uma região amorfa formada de lignina e hemicelulose com diâmetro de 10-30 nm, sendo resultantes do empacotamento de 30 a 100 cadeias de celulose estendidas (SILVA et al., 2009; PIETAK et al., 2007).

A lamela intermediária é composta predominantemente por pectina que atua como um ligante entre as fibras (PIETAK et al., 2007).

A celulose é o material orgânico mais abundante na Terra, sendo um dos componentes das paredes celulares das plantas. Pode ser definida como um homopolímero de cadeia linear formado por unidades de anidro-glicose que se ligam entre si através de ligações β -(1 \rightarrow 4)-glicosídicas (Figura 2.2). Possui fórmula química empírica $(C_6H_{10}O_5)_n$, na qual n varia de um mínimo de 200 para valores superiores a 7000. A unidade repetitiva da celulose, denominada celobiose contém seis grupos hidroxilas que estabilizam ligações de hidrogênio intra e intermolecular (SILVA et al., 2009; SUMMERSCALES et al., 2010).

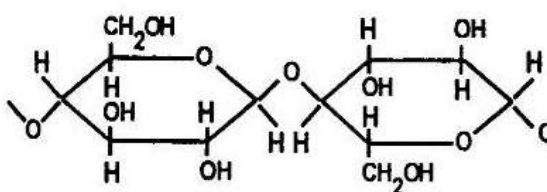


Figura 2.2 - Estrutura molecular da celulose (celobiose) (FENGEL; WEGENER,1989).

Segundo Silva et al. (2009) o grau de cristalinidade da celulose varia de acordo com sua origem e processamento. A celulose do algodão, por exemplo, possui cadeias mais ordenadas, com cristalinidade em torno de 70%, enquanto que na celulose de árvores o índice de cristalinidade é algo em torno de 40%.

A hemicelulose é o complexo de maior ocorrência na biosfera depois da celulose. É um polissacarídeo com baixa massa molar, interceptado por microfibrilas de celulose que favorecem a elasticidade e evitam que as microfibrilas se toquem.

A hemicelulose é dividida em pentosanas (xilose e arabinose) e hexanas (galactose, manose e glucose) que possuem, respectivamente, as fórmulas gerais $C_5H_8O_4$ e $C_6H_{10}O_5$. Algumas destas estruturas estão representadas na Figura 2.3 (SILVA et al., 2009; SUMMERSCALES et al., 2010).

De acordo com Spinacé et al. (2009), devido à estrutura aberta que contém muitos grupos hidroxila e acetil, a hemicelulose é parcialmente solúvel em água e higroscópica.

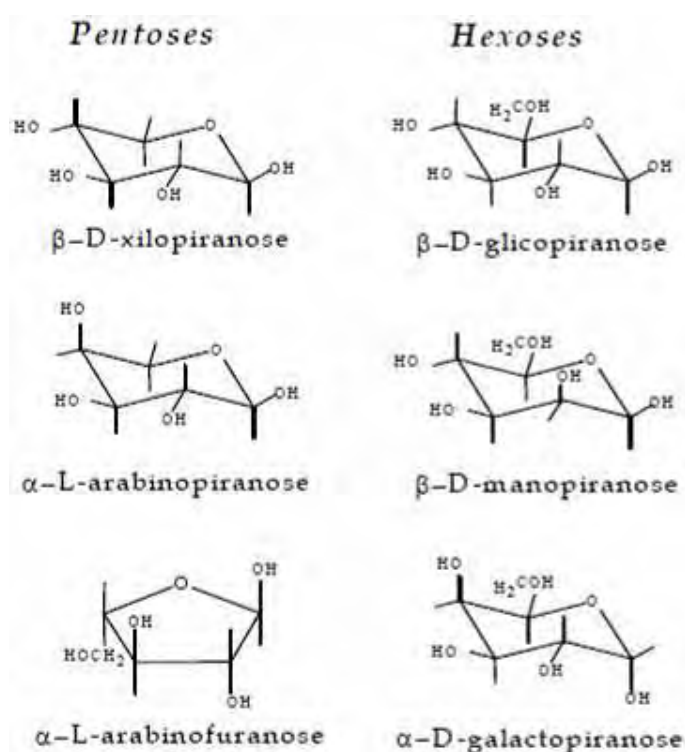


Figura 2.3 - Representação de algumas estruturas de unidade de monossacarídeos presentes na hemicelulose (FENGEL; WEGENER,1989).

A lignina constitui uma macromolécula complexa de estrutura polifenólica e não convertida em açúcares fermentáveis. Esta resina amorfa atua como um ligante entre as fibrilas e está presente em todas as camadas da parede celular do vegetal, porém concentrada nas camadas primárias e secundárias, onde ocorre em associação com a celulose e a hemicelulose (FENGEL; WEGENER, 1989; SILVA et al., 2009).

Este biopolímero é formado por três unidades distintas da família do éter fenil (Figura 2.4) e a proporção destes compostos resulta em diferentes tipos de lignina. A lignina é insolúvel em água e sua arquitetura, bem como sua complexidade química,

não só dificultam o seu isolamento, mas também a sua plastificação (SILVA et al., 2009; FENGEL; WEGENER, 1989).

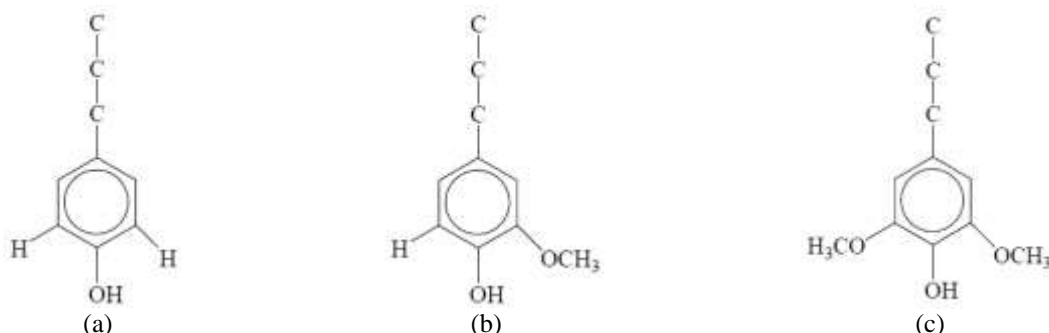


Figura 2.4 - Unidades presentes na lignina: (a) para-hidroxifenila, (b) guaiacila e (c) siringila (FENGEL;WEGENER,1989).

2.2 Fibras da casca do coco verde

O coqueiro (*Cocos Nucifera*) é uma palmeira tropical original do Sudeste Asiático. É uma cultura de grande expansão que desempenha um papel econômico importante em mais de 90 países.

A Indonésia é o maior produtor de coco do mundo, com uma produção em 2005 de cerca de 16 milhões de toneladas, seguido pelas Filipinas e Índia. O Brasil é o quarto maior produtor com uma produção de pouco mais de três milhões de toneladas de coco colhidas em uma área de aproximadamente 290 mil hectares (SOUZA et al., 2009).

De acordo com dados publicados pela Embrapa – Agroindustrial, entre os anos de 1985 e 2001 a área plantada de coco no Brasil aumentou de 166 mil hectares em 1985 para 266 mil hectares em 2001. A região nordeste é a maior produtora de coco no Brasil, responsável por 65% da produção brasileira. Dados do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) mostraram que em 2007 a produção foi de aproximadamente 1,9 bilhões de frutos (SOUZA et al., 2009; EMBRAPA, 2010).

O aumento do consumo de coco verde no Brasil para a industrialização de sua água gera uma quantidade de rejeitos que corresponde a 85% do peso do fruto. Os resíduos formados pelas cascas contribuem para a diminuição da vida útil dos aterros, além de representarem risco ao ambiente e à saúde da população, pois demoram de 10

a 12 anos para se decompor (SANTOS; AMICO; SYDENSTRICKER, 2006).

A utilização da fibra de coco para a obtenção de compósitos é importante, pois além de diminuir a quantidade de resíduos, é um processo barato, natural e renovável. A fibra de coco verde tem sido muito estudada para a utilização de reforço em polímeros, como por exemplo, o poliéster (MONTEIRO; TERRONES; D'ALMEIDA, 2008), o polipropileno (ISLAM et al., 2010) e polímeros biodegradáveis (BARBOSA et al., 2010; ROSA et al., 2009) alterando as propriedades mecânicas desses compósitos como resistência à tração e alongação na ruptura.

As fibras de coco são materiais lignocelulósicos que podem ser obtidas tanto do mesocarpo (parte espessa fibrosa) como do exocarpo (casca) dos cocos, conforme esquematizado na Figura 2.5.

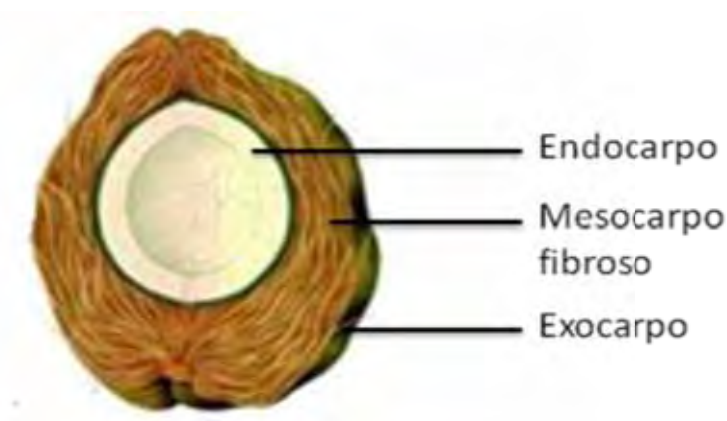


Figura 2.5 - Seção transversal do fruto do coqueiro (ESMERALDO, 2006).

Comparada às outras fibras vegetais, a fibra de coco tem menor percentual de celulose (36 a 43%), entretanto a quantidade de lignina (41 a 45 %) representa dois a quatro vezes os valores existentes para a juta e o sisal, conferindo-lhe uma maior resistência e rigidez frente a outras fibras (ESMERALDO, 2006).

2.3 Fibras do bagaço de cana de açúcar

A cana de açúcar é historicamente um dos principais produtos agrícolas do Brasil, sendo cultivada desde a época da colonização. Do seu processo de industrialização obtêm-se como produtos o açúcar nas suas mais variadas formas e

tipos, o álcool (anidro e hidratado), o vinhoto e o bagaço (MULINARI, 2009a).

A grande quantidade de bagaço de cana de açúcar gerada tem causado sérios problemas de estocagem, além é claro, do impacto ao meio ambiente. Por isso, atualmente o bagaço de cana de açúcar, além de ser utilizado para a geração de energia, tem se prestado para diversas outras aplicações, tais como: reforço para compósitos poliméricos (MULINARI et al., 2009b; GUIMARÃES et al., 2010; VILAY et al., 2008; LUZ et al., 2008), materiais adsorvedores (GURGEL; FREITAS; GIL, 2008) e componentes para as indústrias de construção civil (AKRAM; MEMON; OBAID, 2008; GANESAN; RAJAGOPAL; THANGAVEL, 2007).

A fibra do bagaço de cana tem sido usada como reforço em compósitos de matriz cimentícia, utilizado na construção civil com o objetivo de reduzir o consumo de eletricidade em casas (ONÉSIPPE et al., 2010), e em compósitos de polipropileno, com o interesse de fabricar componentes automotivos como quadros do banco, painel lateral e console central (LUZ; CALDEIRA-PIREZ; FERRÃO, 2010).

Do ponto de vista químico, o bagaço de cana de açúcar é composto por 46% de celulose, 24,5% de hemicelulose, 19,95% de lignina, 3,5% de graxas e gorduras, 2,4% de cinzas, 2% de sílica e 1,7% de outros elementos (MULINARI et al., 2009b).

2.4 Compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais

Os compósitos podem ser definidos como uma classe de materiais que possuem como característica básica a combinação macroscópica de pelo menos duas fases distintas denominadas matriz e reforço. Estas fases podem ser fisicamente identificadas, e apresentam uma interface entre elas. A matriz tem como principal função distribuir a carga pelo compósito, enquanto o reforço é responsável por resistir aos esforços solicitados (NOGUEIRA; MARLET; REZENDE, 1999; NETO; PARDINI, 2006).

Dependendo do tipo de reforço utilizado, os compósitos podem ser divididos em três classes distintas, sendo: compósitos de reforço particulado, compósitos de fibras descontínuas, que podem ser unidirecionais ou aleatórias e os reforçados com fibras contínuas, podendo ser unidirecionais, bidirecionais ou multidirecionais

(FINKLER, 2005).

Os compósitos particulados resultam da introdução de componentes que apresentem uma razão de aspecto L/D (relação entre a maior e a menor dimensão do corpo) menor que três (FINKLER, 2005).

Esses componentes denominados de cargas particuladas ou não fibrosas podem ser definidos como materiais sólidos que são adicionados aos polímeros em quantidades suficientes para reduzir o custo do compósito e/ou alterar as suas propriedades físicas e/ou mecânicas (FINKLER, 2005).

A incorporação de fibras em uma matriz polimérica pode ocorrer de duas maneiras distintas: (a) uma ou mais fases que tenham a finalidade de reforçar, provocando um aumento na rigidez e resistência mecânica ou (b) o material incorporado tem a atuação mais acentuada como carga; neste caso o reforço adicionado à matriz, normalmente de baixa massa específica e custo reduzido, atua como uma carga aumentando o volume do compósito, e proporcionando reduções de peso e custo do componente (NETO; PARDINI, 2006).

Os compósitos de matrizes termoplásticas reforçadas com fibras naturais têm despertado grande interesse de pesquisadores como Khalid et al. (2008) , Pasquini et al. (2008), Mohanty, Misra e Drzal (2000), Li, Hu e Yu (2008), Saleem et al. (2008) e das indústrias aeronáutica e automotiva onde compósitos de polipropileno/fibras naturais são utilizados na fabricação de painéis, consoles, e outras partes interiores substituindo os compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de vidro (ALVES et al., 2010).

2.5 Processos de Obtenção dos compósitos

Para a obtenção de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais é necessária a realização de uma ou mais fases de processamento até se atingir o formato final do produto. As duas principais fases realizadas na fabricação desses materiais compósitos são: mistura (fibra/matriz) e moldagem.

O objetivo da etapa de mistura no processamento dos compósitos é distribuir a fibra de maneira homogênea garantindo a completa dispersão das fibras naturais

dentro da matriz. Existe uma ampla variedade de equipamentos de mistura que podem ser utilizados nesta etapa, tais como misturadores internos e as extrusoras de rosca simples ou dupla (CASTRO, 2010).

A etapa de moldagem do material tem como função proporcionar a forma e dimensão final desejada, através de processos como moldagem por compressão, extrusão e injeção.

A obtenção de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais exige condições específicas em relação ao processamento, uma vez que durante as etapas de processamento os materiais estão sujeitos a variações de temperatura, a esforços de cisalhamento e à exposição ao oxigênio (CASTRO, 2010).

As fibras naturais têm estrutura essencialmente hidrofílica incompatível com matrizes termoplásticas hidrofóbicas, o que pode ocasionar aglomerados de fibras que prejudicam as propriedades do compósito. Além do mais, acima de 160°C e na presença de oxigênio, as fibras podem sofrer termo-oxidação levando ao escurecimento (SANTOS, 2006).

Desta forma, as propriedades mecânicas e térmicas dos compósitos podem ser afetadas pelo processamento e pela temperatura na qual ele foi realizado (MANO et al., 2010).

No presente trabalho foi utilizado um misturador termocinético, no qual as fibras juntamente com a matriz foram submetidas à alta rotação das palhetas. A massa obtida foi então processada por moldagem por injeção para a obtenção de corpos de prova de tração e flexão.

2.6 Tratamentos químicos das fibras lignocelulósicas

Um dos parâmetros mais importantes em materiais compósitos é a interface entre o reforço e a matriz. A região interfacial é responsável pela transferência de esforços mecânicos da matriz para o reforço. A adesão inadequada entre as fases envolvidas na interface pode provocar o início das falhas, comprometendo o desempenho e as propriedades mecânicas dos compósitos (SAHEB; JOG, 1999; JOHN; THOMAS, 2008).

Assim, muitos autores têm estudado a influência dos tratamentos químicos das fibras lignocelulósicas no comportamento mecânico de compósitos poliméricos, a fim de melhorar estas características e promover a utilização desses compósitos como alternativas viáveis em substituição inclusive aos compósitos que utilizam fibras de vidro (ROSA et al., 2009; BRÍGIDA et al., 2010; BISMARCK et al., 2001; ELANTHIKKAL et al., 2010; VILLAY et al., 2008; GOMES et al., 2007).

Os tratamentos químicos superficiais das fibras são necessários à medida que as fibras lignocelulósicas oferecem certas desvantagens quando comparadas às fibras sintéticas. A falta de compatibilização com matriz polimérica hidrofóbica e a tendência de formar aglomerados durante o processamento são desvantagens conhecidas. Os tratamentos superficiais são conduzidos com o objetivo de melhorar as condições de adesão fibras/matriz ou ainda alterar as características como a hidrofiliabilidade e rugosidade superficial. Sabe-se que as fibras naturais possuem muitos grupos hidroxila ao longo de suas cadeias, o que confere uma grande hidrofiliabilidade à fibra (BRÍGIDA et al., 2010).

Segundo Mohanty et al. (2006), tratamentos das fibras tais como desengraxamento, enxertia, branqueamento, acetilação ou reação com álcalis, peróxidos, silanos ou isocianatos são essenciais para a obtenção de materiais com melhores desempenhos.

Rout et al. (2001) estudaram a influência da modificação superficial das fibras de coco através de tratamento químico com hidróxido de sódio em concentrações de 2, 5 e 10% nos compósitos poliéster/fibra de coco e constataram aumentos significativos nas suas propriedades mecânicas e redução de absorção de água, quando comparados as fibras que não sofreram tratamento.

Rosa et al. (2008) no estudo da extração e caracterização de “whiskers” de celulose de fibra de coco, observaram, através da técnica de microscopia eletrônica de varredura, o início do processo de microfibrilação nas fibras de coco branqueadas. A microfibrilação foi observada considerando que, durante o processo de branqueamento, são extraídos materiais que unem as microfibrilas constituintes da fibra, tais como hemicelulose e lignina residual. A microfibrilação, processo de separação das microfibrilas, é importante, pois aumenta a área superficial e

consequentemente a energia superficial das fibras, melhorando a interação fibra/matriz.

O tratamento de mercerização visa limpar a superfície da fibra removendo parcialmente os constituintes amorfos solúveis em meio alcalino. Desta forma, diminui o grau de agregação das fibras e torna a superfície mais rugosa (TROEDEC et al., 2008; ESMERALDO, 2006; GOMES et al., 2007; RAZERA, 2006).

O branqueamento, por sua vez, é um processo químico aplicado aos materiais celulósicos para elevar alvura, reduzindo ou removendo os constituintes do material lignocelulósico que possam causar coloração.

Na utilização de fibras como reforço em compósitos o tratamento de branqueamento é importante, pois tem como principal objetivo atacar e remover a lignina residual, que aumenta a rigidez da fibra e impede a reorientação da mesma necessária para a transferência adequada de carga no compósito (SANTOS; AMICO; SYDENSTRICKER, 2006; SAHA et al., 2010).

2.7 Poliestireno de alto impacto (HIPS)

A matriz polimérica utilizada neste trabalho foi o poliestireno de alto impacto (PSAI) ou HIPS (*High Impact Polystyrene*), termoplástico amorfo com grande aplicação em componentes industriais, como peças internas e externas de aparelhos eletrônicos, guarda-chuvas, televisão, microcomputadores e toda a linha branca de eletrodomésticos (ROVERE; CORREA, 2008).

O HIPS é obtido a partir da adição de moléculas de polibutadieno (borracha) por enxerto em uma matriz polimérica contínua de poliestireno através de reações químicas e não simplesmente por mistura como ocorre em blendas poliméricas (BORRELLY, 2002).

É classificado como um polímero termoplástico que apresenta temperatura de processamento relativamente baixa, além de ter suas propriedades facilmente modificadas a partir de alterações na sua morfologia e composição das fases estirênica e borracha (VIANNA et al., 2004).

O elastômero incorporado ao poliestireno (PS) é responsável pela relaxação do

material a nível molecular, a qual dissipa parte da energia em calor, tendo efeito sinérgico na absorção de impacto (COSTA, 2009).

Nos poliestirenos modificados, como o HIPS, a resistência ao impacto é superior ao do poliestireno comum, porém, a resistência à tração e o módulo de elasticidade são menores (BORRELLY, 2002).

As principais propriedades do HIPS são ponto de amolecimento entre 87 e 100°C e solubilidade parcial em hidrocarbonetos e cetonas. A temperatura de processamento do HIPS, abaixo da temperatura de degradação das fibras naturais, e seu fácil processamento são algumas das principais propriedades que o tornam uma alternativa viável de matriz para compósitos reforçados com fibras naturais (NETO; PARDINI, 2006; VIANNA et al., 2004).

2.8 Comportamento mecânico dos compósitos

Na avaliação das propriedades mecânicas de compósitos poliméricos é necessário levar em consideração a complexidade da interação mecânica entre reforço e matriz. Os principais ensaios mecânicos realizados para a avaliação das propriedades destes materiais são: ensaios de tração, flexão, impacto e fadiga.

Um dos ensaios mais utilizados, portanto, é o ensaio de tração, por ser relativamente simples e de fácil realização, além de fornecer informações importantes e primordiais para o projeto e a fabricação de peças e componentes (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2000).

O ensaio de tração é empregado para a caracterização de algumas das principais propriedades mecânicas dos compósitos poliméricos, como módulo de elasticidade, limite de resistência à tração e alongação na ruptura.

No ensaio de tração uma amostra é deformada, geralmente até sua fratura, mediante uma carga de tração gradativamente crescente que é aplicada uniaxialmente ao longo do eixo maior de um corpo de prova, que são preparados segundo as normas técnicas convencionais. O levantamento da curva de tensão de tração pela deformação sofrida pelo corpo constitui o resultado do teste de tração (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2000; CALLISTER, 2006).

No caso específico de materiais poliméricos as técnicas de ensaio sofrem algumas alterações em relação ao ensaio realizado para materiais metálicos, devido às propriedades específicas dos polímeros.

São encontrados três tipos diferentes de comportamento tensão-deformação para os materiais poliméricos. No gráfico da Figura 2.6 estão as três curvas que representam os diferentes comportamentos dos polímeros: frágil, plástico e altamente plástico. A curva A é característica de um polímero frágil que sofre fratura enquanto se deforma elasticamente.

Para um material plástico, curva B, o comportamento é semelhante àquele encontrado para muitos materiais metálicos, a deformação inicial é elástica, seguida por escoamento e por uma região de deformação plástica. O comportamento representado pela curva C é totalmente elástico, típica de materiais como a borracha, apresentada por uma classe de polímeros conhecida como elastômeros (CALLISTER, 2006).

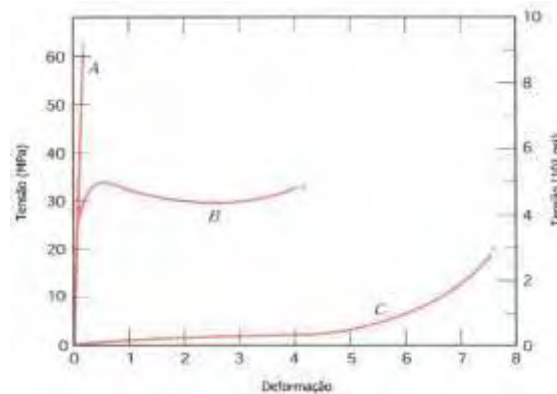


Figura 2.6 - Curvas tensão x deformação para polímeros frágeis (curva A), plásticos (curva B) e altamente elásticos (elastoméricos) (curva C) (CALLISTER, 2006).

Outro ensaio importante para o levantamento das características do comportamento mecânicos dos compósitos de matriz polimérica é o ensaio de flexão, geralmente aplicado a materiais poliméricos rígidos e semi-rígidos.

As propriedades de interesse no ensaio de flexão são a resistência à flexão e o módulo de elasticidade. As configurações de carregamento podem ser flexão em três pontos e flexão em quatro pontos.

No ensaio de flexão em três pontos, o corpo de prova, uma barra de seção

retangular, é ajustado em dois apoios fixados a um suporte, e o carregamento é realizado por meio de um terceiro apoio (móvel). Na Figura 2.7 é representado esquematicamente o dispositivo do ensaio de flexão em três pontos (CANEVAROLO, 2004).

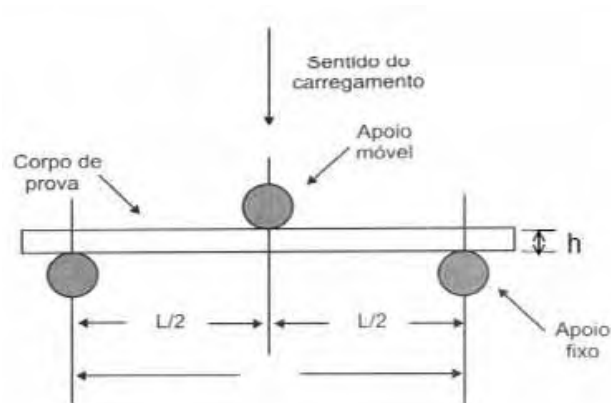


Figura 2.7 - Representação esquemática do dispositivo de ensaio de flexão em três pontos (CANEVAROLO, 2004).

A resistência à flexão representa a tensão máxima desenvolvida nas fibras externas de uma barra sujeita ao dobramento, no momento da quebra, e o módulo é determinado como sendo a razão dentro do regime elástico, entre a tensão e a deformação.

2.9 Comportamento térmico dos compósitos

A análise térmica é definida como “um conjunto de técnicas que permite medir as mudanças de uma propriedade física ou química de uma substância ou material em função da temperatura ou tempo, enquanto a substância é submetida a uma programação controlada de temperatura”. É uma análise química e composicional, mas também pode ser usada para estudos de processos como catálise, corrosão, propriedades térmicas e mecânicas entre outros (MOTHÉ; ARAUJO, 2002).

A análise térmica possui muitas vantagens pelo fato de necessitar de uma pequena quantidade de amostra, de apresentar uma variedade de resultados em um único gráfico e de não haver necessidade de preparo da amostra a ser analisada.

Porém, possui um custo relativamente alto dos equipamentos além de ser uma técnica destrutiva (MOTHÉ; ARAUJO, 2002).

Para que uma análise térmica seja considerada analítica, três critérios devem ser satisfeitos; são esses: uma propriedade física deve ser medida, esta medida deve ser expressa direta ou indiretamente em função da temperatura e ser realizada sob um programa controlado de temperatura (CANEVAROLO, 2004).

Baseando-se na propriedade física medida em função da temperatura tem-se uma classificação lógica dos métodos termoanalíticos. Essa classificação está apresentada na Tabela 2.2 na qual consta também a técnica correspondente à propriedade física e suas respectivas abreviaturas.

Tabela 2.2 - Classificação das principais técnicas termoanalíticas (CANEVAROLO, 2004).

Propriedade física	Principais técnicas	Abreviatura
Massa	Termogravimetria	TGA
	Deteção de gás desprendido	EGD
	Análise de gás desprendido	EGA
	Análise térmica por emanção	ETA
Temperatura	Determinação da curva de aquecimento (*)	DTA
	Análise Térmica Diferencial	
Entalpia	Calorimetria exploratória diferencial (**)	DSC
Dimensões	Termodilatometria	TD
Características mecânicas	Análise termomecânica	TMA
	Análise termomecânica dinâmica	DMA

(*) Quando o programa de temperatura for ao modo resfriamento, torna-se determinação da curva de resfriamento.

(**) A confusão surgida acerca desse termo parece resolvida separando-se duas modalidades: DSC com Compensação de Potência e DSC com fluxo de calor.

2.9.1 Análise Termogravimétrica (TGA)

A termogravimetria (TGA) é uma técnica de análise térmica na qual a variação de massa da amostra (perda ou ganho) é determinada em função da temperatura e/ou tempo, enquanto a amostra é submetida a uma programação controlada de temperatura. Esta técnica possibilita conhecer as alterações que o aquecimento pode

provocar na massa das substâncias, de forma a estabelecer a faixa de temperatura em que a amostra adquire uma composição química, fixa, definida e constante, a temperatura em que começa a se decompor e acompanhar o andamento de reações de desidratação, oxidação, combustão e decomposição (CANEVAROLO, 2004).

Curvas TGA são de natureza empírica, pois vão depender principalmente de parâmetros da amostra e o tipo de equipamento utilizado (MOTHÉ; ARAUJO, 2002).

2.10 Estudo da degradação térmica de polímeros

Os processos de degradação como a fotorradiação, degradação térmica, oxidação e hidrólise são capazes de proporcionar mudanças nas propriedades químicas, físicas e mecânicas dos materiais (BAR, 2008).

Em compósitos poliméricos reforçados com fibras sintéticas e/ou naturais esses processos de degradação não afetam somente o material polimérico, mas afetam também outros componentes com o reforço (BAR, 2008; SAHIN; SINMAZÇELIK; SAHIN, 2007).

Em matrizes poliméricas a degradação pela ação do intemperismo, como a exposição à radiação UV e a água, por exemplo, pode ocorrer por meio de alguns mecanismos de fotoxidação como (CAMARGO, 2006):

- formação de radicais livres;
- cisão da cadeia
- ocorrência de fragilização;
- alterações de cor.

Nas fibras lignocelulósicas os mecanismos de degradação ou envelhecimento podem ocorrer devido à (CAMARGO, 2006):

- absorção de UV pela lignina;
- formação de estruturas quinoidais;
- reações do tipo Norrish que ocorrem na lignina;
- reações de foto-amarelecimento.

O estudo da degradação pela exposição ao intemperismo, ação combinada de radiação UV, calor e umidade, pode ser realizada através do envelhecimento natural ou

artificial.

O envelhecimento natural consiste de um material submetido à influência de elementos naturais, intempéries ou na ação do meio no qual o material está submetido em condições de utilização (BORRELLY, 2002).

O envelhecimento acelerado ocorre em câmaras de envelhecimento que simulam um clima natural de maneira controlada. A vantagem em se utilizar a análise de degradação feita numa câmara de intemperismo artificial é que, além de ser mais rápida do que a exposição natural, existe a importante característica de ser reprodutível (BORRELLY, 2002). Por outro lado os resultados obtidos não possuem correlação exata com o que acontece na realidade devido à regularidade dos ciclos - duração, intensidade e condições de exposição.

Os efeitos da degradação em virtude da ação do intemperismo sejam pelo envelhecimento natural ou artificial, podem ser avaliados através da quantificação da degradação química e/ou da análise das propriedades físicas como comportamento mecânico e aspecto visual (BORRELLY, 2002).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma da Figura 3.1 descreve de maneira geral todas as etapas de obtenção e caracterização do material desenvolvido.

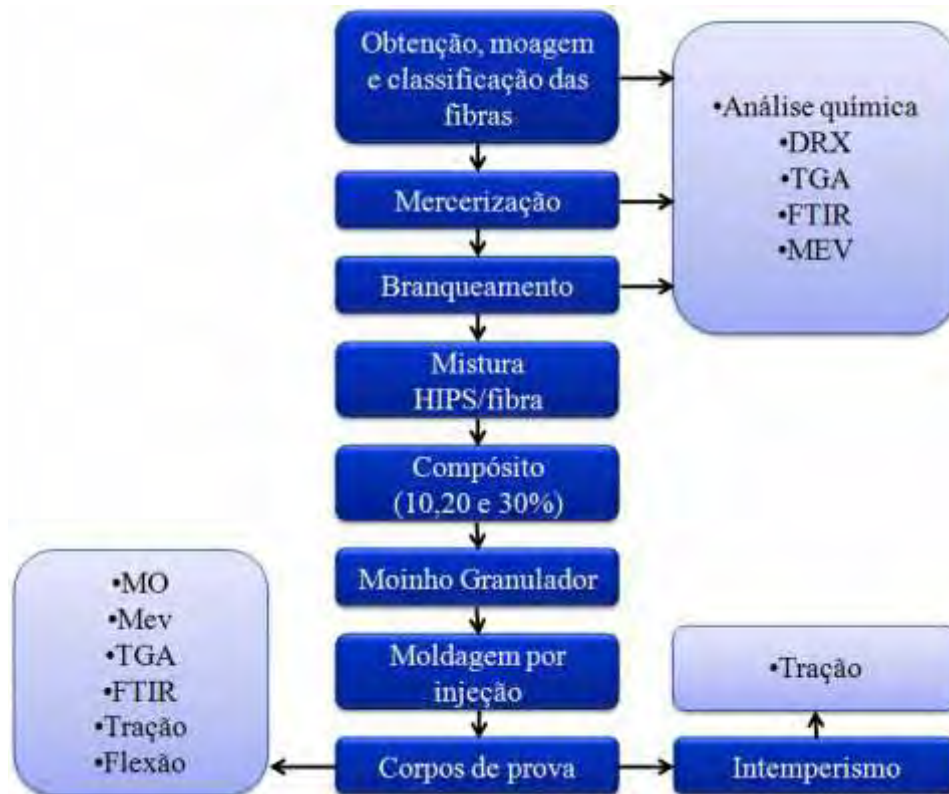


Figura 3.1 - Fluxograma esquemático da metodologia empregada neste trabalho.

3.1 Obtenção das fibras de coco e bagaço de cana de açúcar

As fibras lignocelulósicas utilizadas neste trabalho foram obtidas conforme descrito a seguir:

- **Fibra de coco verde:** os resíduos do coco verde foram obtidos da comercialização em quiosques da cidade de Guaratinguetá/SP (Figura 3.2). No laboratório de preparação de amostras do Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos da FEG/UNESP, as fibras de coco verde foram retiradas do exocarpo e do mesocarpo fibroso. A remoção das fibras foi realizada através de extração manual e posteriormente as fibras foram secas em estufa a 50°C durante 48 horas. Em seguida,

as fibras passaram por processos físicos de moagem e de classificação granulométrica, passando por peneiras de 24, 28 e 48 mesh, sendo que somente as fibras passantes da peneira de 48 mesh (abertura de 0,3 mm) foram utilizadas na manufatura dos compósitos.



Figura 3.2 - Frutos de coco obtidos após o consumo de sua água.

- **Fibra de bagaço de cana de açúcar:** As fibras de bagaço foram gentilmente fornecidas pela empresa Edras Ecosystemas, localizada em Cosmópolis, SP. Antes do processo de moagem as fibras foram secas em estufa a 50°C por 48 horas e após os processos de moagem foram peneiradas utilizando peneiras de 24, 28 e 48 mesh. A fração passante da peneira de 48 mesh foi utilizada na manufatura do compósito.

3.2 Reagentes Utilizados

Para a realização dos tratamentos químicos foram utilizados os seguintes reagentes:

- hidróxido de sódio (NaOH) PA, fabricante por Nuclear;
- clorito de sódio (NaClO₂) PA, fabricado por Cromolina – Química Fina;
- ácido acético glacial PA, fabricado por Synth.

3.3 Compósito Poliéster/fibra de vidro

O compósito poliéster/fibra de vidro foi caracterizado quanto às suas propriedades mecânicas em tração, antes e após a exposição ao intemperismo acelerado, e quanto às suas propriedades térmicas através da termogravimetria (TGA/DTG).

A caracterização deste material usado na fabricação de luminárias anticorrosivas para ambientes frigoríficos foi baseada em sua possível substituição pelo compósito reforçado com fibra natural. O objetivo desta caracterização foi comparar propriedades do mesmo com os compósitos de fibras naturais, preparados neste trabalho.

As amostras do compósito poliéster/fibra de vidro foram obtidas de uma luminária modelo LFA gentilmente fornecida pela empresa Fibrel - Luminárias Anticorrosivas, localizada na cidade de Mogi das Cruzes/SP (Figura 3.3).



Figura 3.3 - Luminária modelo LFA fornecida pela empresa Fibrel Luminárias Anticorrosivas.

A luminária doada para análise foi fabricada pelo método de laminação manual, como mostra esquema da Figura 3.4.



Figura 3.4 Processo de laminação para obtenção da luminária utilizada em frigorífico.

3.4 Tratamentos químicos das fibras

3.4.1 Tratamento alcalino (Mercerização)

Após a classificação granulométrica (peneiramento) as fibras (200 g) foram imersas em uma solução alcalina de NaOH 1% (m/v) (2 L), onde permaneceram por 1 hora sob agitação constante na temperatura ambiente (Figura 3.5). Decorrido o tempo de tratamento, a suspensão foi filtrada a vácuo e as fibras lavadas com água destilada até a neutralidade. Em seguida, as fibras foram secas em estufa a 50°C por 24 horas.



Figura 3.5 - Vista do tratamento de mercerização das fibras.

3.4.2 Tratamento de Branqueamento

O branqueamento das fibras foi realizado no laboratório de preparação de amostras do Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos da FEG/UNESP. O procedimento em escala de laboratório utilizou o clorito de sódio para remover a lignina residual contida nas fibras previamente mercerizadas.

As fibras mercerizadas (24 g) foram branqueadas utilizando-se 200 mL de uma solução de água destilada contendo 1 mL de ácido acético glacial e 3 g de clorito de sódio (80%). A suspensão permaneceu sob agitação durante 2 horas à temperatura de 70°C.

Decorrido o tempo do tratamento, a suspensão foi filtrada a vácuo e as fibras lavadas com água destilada até a neutralidade e, em seguida, secas em estufa a 50°C por 12 horas antes de serem utilizadas para a manufatura do compósito.

3.5 Análise da composição química das fibras

As fibras “*in natura*”, mercerizadas e branqueadas foram caracterizadas quimicamente com o objetivo de avaliar o efeito dos tratamentos na composição química, através da quantificação dos teores de celulose, hemicelulose, lignina e cinzas. A caracterização foi realizada pelo Departamento de Biotecnologia da Escola de Engenharia de Lorena (EEL/USP) seguindo a metodologia analítica descrita por Rocha et al. (1997) e validada por Gouveia et al. (2009).

3.6 Difractometria de raios X das fibras (DRX)

Os difratogramas de raios X das fibras “*in natura*”, mercerizadas e branqueadas foram obtidos em um difratômetro de raios X da marca Shimadzu modelo XDR-6000, disponível no Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena/USP, com fonte de radiação $\text{CuK}\alpha$, voltagem de 40 kV, corrente de 40 mA, varredura 0,05 (2 θ /5 s) para valores de 2 θ entre 10 e 50°.

Com os resultados obtidos no difratômetro foi possível calcular os índices de cristalinidade das fibras lignocelulósicas por meio da Equação (1) definida pelo método empírico de Segal et al. (1959), que fornece um valor aproximado de cristalinidade:

$$I_c = \frac{I_{(002)} - I_{(am)}}{I_{(002)}} \times 100 \quad (1)$$

na qual:

I_c → índice de cristalinidade em porcentagem;

I_{002} → máxima intensidade do pico de difração que representa o material cristalino na vizinhança de $2\theta = 22^\circ$;

I_{am} → mínima intensidade do pico de difração que representa o material amorfo na região de $2\theta = 18^\circ$.

Na Figura 3.6 são apresentados os picos de difração característicos dos materiais lignocelulósicos com a indicação dos picos utilizados para calcular o índice de cristalinidade (I_c).

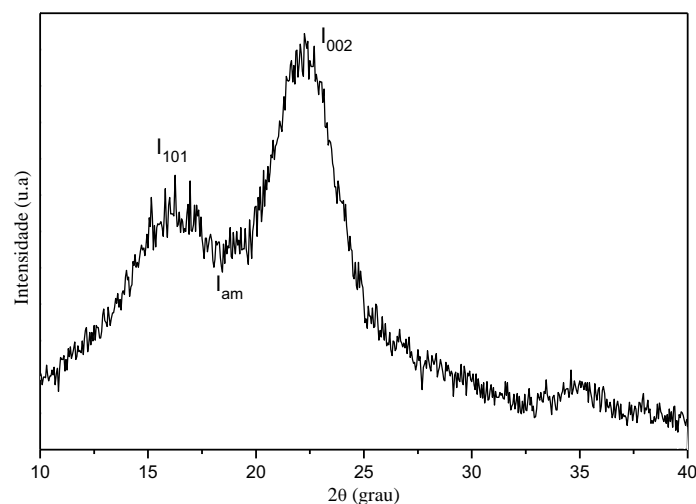


Figura 3.6 - Difratograma de raios X com as indicações dos picos referentes as partes cristalina e amorfa do material.

3.7 Matriz Poliestireno de alto impacto (HIPS)

O poliestireno de alto impacto utilizado neste trabalho foi o HIPS 825, produzido por FINA *Technology* e que foi gentilmente fornecido pela Videolar, localizada na cidade de Barueri/SP. O mesmo é usado na fabricação das luminárias modelo LFDA Advanced da empresa Fibrel Luminárias Anticorrosivas. O HIPS possui baixo custo quando comparado a outros polímeros termoplásticos e apresenta rigidez adequada ao uso proposto e facilidade de processamento, podendo ser processado em temperaturas abaixo da temperatura de degradação da celulose (200-220°C). Na Tabela 3.1 estão descritas algumas das principais características do HIPS 825.

Tabela 3.1 - Propriedades do HIPS 825, fabricado pela FINA Technology, Inc.

Propriedades	Sistema Internacional	
	Valores	Unidades
Índice de Fluidez (200°C/5 kg)	6,5	g/10min
Resistência ao Impacto IZOD	107	J/M
Resistência à tração, Ruptura	23	MPa
Elongação	50	%
Módulo de Elasticidade em tração	2140	MPa
Resistência à Flexão	44	MPa
Temperatura de Amolecimento, VICAT	96	°C
Temperatura de Deflexão @ 264 psi	90	°C
Massa específica	1,04	g/cm ³

Fonte: Ficha Técnica do HIPS 825.

3.8 Processos de obtenção dos compósitos

Os compósitos descritos na Tabela 3.2 foram obtidos em um homogeneizador de plásticos de laboratório da MH Equipamentos (modelo MH-50H), disponível na Divisão de Materiais (AMR) do Instituto de Aeronáutica e Espaço do Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA) em São José dos Campos/SP.

A mistura entre as fibras (mercerizadas e branqueadas) e o polímero ocorreu dentro da cápsula bipartida (Figura 3.7), refrigerada externamente com água.

Tabela 3.2 - Composição dos sistemas investigados.

Amostra	Reforço	Reforço (%)
HIPS/10FCM	Fibra de coco mercerizada	9
HIPS/20FCM	Fibra de coco mercerizada	23
HIPS/30FCM	Fibra de coco mercerizada	33
HIPS/10FCB	Fibra de coco branqueada	9
HIPS/20FCB	Fibra de coco branqueada	23
HIPS/30FCB	Fibra de coco branqueada	33
HIPS/10FBM	Fibra de bagaço mercerizada	9
HIPS/20FBM	Fibra de bagaço mercerizada	23
HIPS/30FBM	Fibra de bagaço mercerizada	33
HIPS/10FBB	Fibra de bagaço branqueada	9
HIPS/20FBB	Fibra de bagaço branqueada	23
HIPS/30FBB	Fibra de bagaço branqueada	33



(a)



(b)

Figura 3.7 - Detalhe da cápsula de mistura: (a) fibras e HIPS antes da mistura; (b) fibras e HIPS após a mistura

A mistura fibra/polímero foi realizada por meio da rotação das palhetas que giram com aproximadamente 2600 rpm no primeiro estágio de velocidade, que serve apenas para retirar o motor e o eixo do ponto de inércia, e a 5250 rpm no segundo estágio, para efetuar a mistura do material.

O tempo de mistura foi determinado pela própria máquina que ao atingir a rotação máxima necessitava ser desligada. Desta forma, o tempo de mistura variou de acordo com a quantidade de fibra utilizada e com o tempo de operação da máquina.

Para os compósitos com maiores porcentagens de fibras e no início do processo

onde a máquina ainda não estava aquecida, o tempo de mistura era maior. Em média os compósitos levaram de 50 segundos a 3 minutos para serem misturados.

Para a obtenção dos compósitos, primeiramente as fibras de coco e de bagaço mercerizadas e branqueadas foram secas em estufa a 50°C por 3 h. O HIPS também foi seco na mesma temperatura, porém por 1 h. Posteriormente, os materiais foram pesados nas proporções de 9, 23 e 33% (m/m) de fibras. Foram preparados cerca de 500 g de cada material compósito, alimentado em bateladas de 50 g no homogeneizador de plásticos. Após a mistura, o material fundido passou entre rolos de aços inox (calandras) a temperatura ambiente, com o objetivo de facilitar a etapa de granulação. Ao sair da calandra, a mistura foi resfriada por imersão em água também a temperatura ambiente, com o indicado na Figura 3.8.

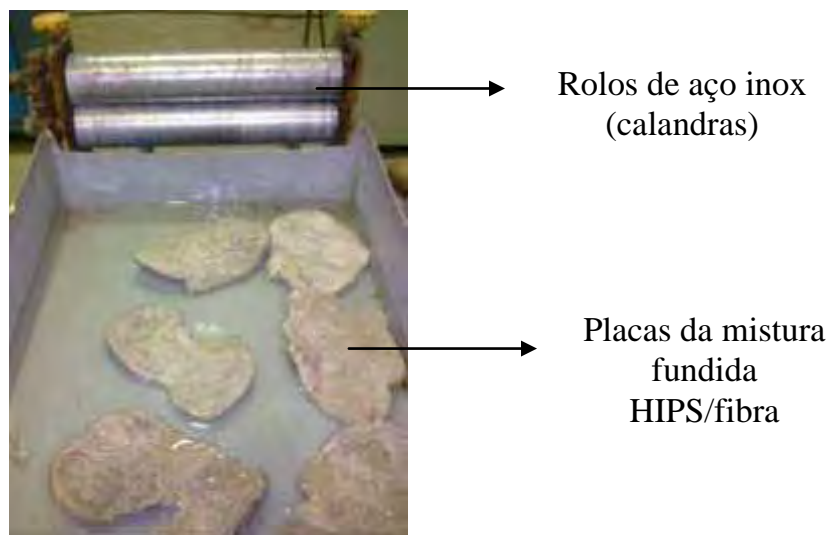


Figura 3.8 - Detalhe da calandra e da mistura resfriada em água.

Após a imersão em água, os compósitos foram moídos em moinho granulador (RONE) até passar por peneira de 13 mm e secos em estufa a 50°C por 3 h (Figura 3.9).



Figura 3.9 - (a) Moinho granulador; (b) compósito moído

Os compósitos moídos e secos foram posteriormente injetados em molde contendo cavidades com dimensões específicas para ensaios mecânicos de tração e flexão (normas ASTM D638 e D790, respectivamente) utilizando uma injetora marca Battenfeld modelo HM 60/350 (Figura 3.10), disponível na Central de Laboratórios Mecânicos do Centro Universitário da FEI em São Bernardo do Campo/SP.



Figura 3.10 - Máquina Injetora Battenfeld HM 60/350.

A temperatura do molde durante a injeção foi de 30°C e o perfil de temperatura utilizado para a injeção está o descrito na Tabela 3.3.

Os demais parâmetros de injeção utilizados estão descritos no ANEXO 1 - Parâmetros de Injeção.

Tabela 3.3 - Zonas de aquecimento durante a injeção.

Zonas de Aquecimento	Temperatura (°C)
Zona 0	205
Zona 1	210
Zona 2	210
Zona 3	205

3.9 Exposição ao intemperismo acelerado

Considerando que os compósitos manufacturados neste trabalho estão sendo estudados quanto à uma possível aplicação em luminárias anticorrosivas, e sabendo-se que uma vez em operação estas luminárias estão expostas à água em abundância e à radiação ultravioleta, fez-se necessário o conhecimento do comportamento mecânico dos compósitos após a exposição nesses ambientes.

Para tanto, foi utilizado o ensaio de exposição ao intemperismo acelerado, no qual os corpos de prova de tração dos compósitos produzidos e do compósito poliéster/fibra de vidro foram submetidos, durante 900 horas, a ciclos repetitivos de 8 horas de radiação UV-B (lâmpada UVB-313) com energia de $0,76\text{W (m}^2 \cdot \text{nm)}$ a 60°C e 4 horas de condensação de água a 50°C de acordo com a norma ASTM G-154.

Para a realização do ensaio foi utilizada uma câmara de teste de radiação UV/condensação (Figura 3.11), modelo QUV - Accelerated Weathering Testers disponível no DMT/FEG/UNESP (Figura 3.11).



Figura 3.11 - Câmara de intemperismo acelerado marca QUV.

3.10 Análises térmicas das fibras e dos compósitos

3.10.1 Termogravimetria (TGA/DTG)

As amostras (10 mg) foram analisadas em uma termobalança Seiko modelo TGA-50, disponível no DMT/FEG/UNESP, operando sob fluxo de nitrogênio, em uma faixa de temperatura de 40 a 600°C com uma razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹. A análise foi aplicada aos insumos individuais e aos compósitos processados neste estudo, bem como ao compósito convencional (poliéster/fibra de vidro) utilizado na fabricação de luminárias anticorrosivas, a fim de determinar a temperatura de degradação e a perda de massa em cada evento térmico.

3.11 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A técnica de FTIR foi utilizada para determinar os grupos funcionais presentes nas fibras lignocelulósicas e matriz polimérica, bem como determinar se a dição destas fibras à matris provocou alguma alteração ou reação química.

Os espectros das fibras e dos compósitos previamente secos foram determinados em um espectrofotômetro Perkin Elmer, modelo Spectrun GX, disponível no Departamento de Engenharia Bioquímica da Escola de Engenharia de Lorena/USP.

As fibras foram analisadas pelo método de transmissão, sendo medidos os valores de absorbância no intervalo de 400-4000 cm⁻¹ com 64 varreduras. As amostras foram preparadas na forma de pastilhas de KBr. Pesou-se cerca de 2 mg da amostra seca e moída e adicionou-se a 200 mg de KBr grau espectroscópico, seco a 105°C por 2 horas. Macerou-se esta mistura até que fossem eliminados visivelmente todos os cristais, por cerca de 1 minuto. A amostra macerada foi transferida para um molde pastilhador, e prensada (1-1,5 kgf/cm²) sob vácuo por 5 minutos, formando então a pastilha para análise.

Os compósitos foram analisados no intervalo de 400-4000 cm⁻¹ com 64 varreduras, diretamente por Refletância Difusa (DRIFT), não sendo necessário o preparo da amostra com KBr.

3.12 Ensaios mecânicos dos compósitos

3.12.1 Resistência à tração

Os compósitos obtidos e o compósito fornecido poliéster/fibra de vidro foram analisados em uma máquina universal de ensaios Shimadzu modelo AG-X, com célula de carga de 50 kN, disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP. Foram analisados para cada compósito cinco corpos de prova expostos e não expostos ao intemperismo acelerado, com dimensões de acordo com as normas ASTM D638 (compósitos HIPS/fibra natural) e ASTM 3039 (compósitos poliéster/fibra de vidro).

O formato e as dimensões dos corpos de prova utilizados estão indicados na Figura 3.12.

As propriedades mecânicas de resistência à tração, alongamento e módulo de elasticidade em tração foram avaliadas.

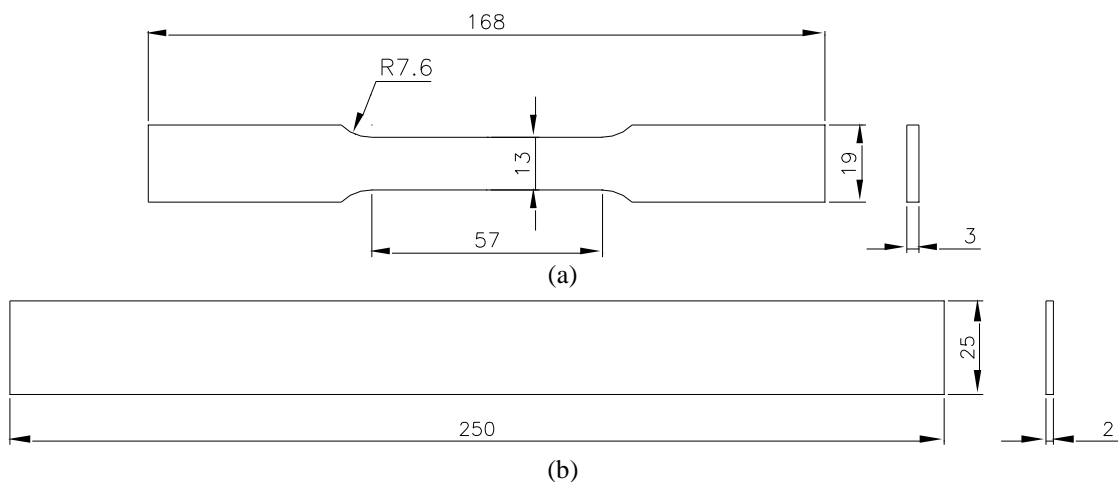


Figura 3.12 - Corpo de prova de tração: (a) Norma ASTM D630, tipo I e (b) Norma ASTM 3039.

3.12.2 Resistência à flexão em três pontos

Os compósitos manufacturados e o HIPS foram analisados em uma máquina universal de ensaios Shimadzu modelo AG-X disponível no Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP. Foram analisados para cada compósito cinco

corpos de prova com dimensões de acordo com as normas ASTM D790, seguindo o procedimento A (Figura 3.13).

Foram utilizadas a razão L/d (onde L = distância entre apoios) igual a 16, velocidade de ensaio de 1,4 mm/min, com célula de carga de 5 kN. Para o cálculo da tensão de flexão (MPa) foi utilizada a Equação (2):

$$\sigma = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (2)$$

Sendo P a carga em Newtons, L a distância entre os apoios, b a largura do corpo de prova e d é a espessura do corpo de provas em milímetros.

As propriedades mecânicas de resistência à flexão e o módulo elástico foram avaliadas.

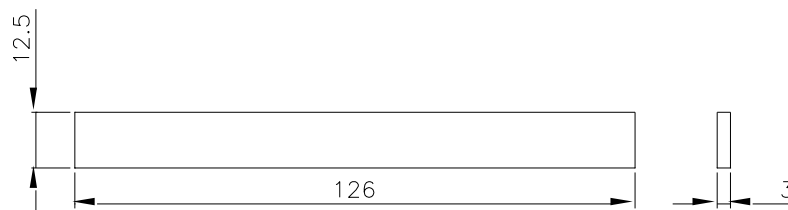


Figura 3.13 - Corpo de prova para ensaio de flexão de acordo com a norma ASTM D790.

3.13 Análises fractográficas dos compósitos

3.13.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras das fibras “*in natura*”, mercerizadas e branqueadas, bem como a superfície de fratura dos compósitos, foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM5310, disponível no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais/INPE em São José dos Campos/SP, operando de 15 a 20 kW e utilizando detector de elétrons secundários. As amostras foram fixadas em um suporte, com auxílio de uma fita de carbono autocolante dupla face, e submetidas ao recobrimento metálico com ouro.

3.13.2 Microscopia Óptica (MO)

Para a caracterização com base na microscopia quantitativa foi escolhido um corpo de prova de tração de cada um dos compósitos manufacturados.

As amostras foram cortadas conforme esquema da Figura 3.14, para posterior análise da distribuição e a morfologia das fibras dispersas na matriz.

Após serem cortadas as amostras foram embutidas com resina epóxi. O lixamento foi realizado com lixa d'água de granulometria 220 para a planificação e a etapa de polimento foi realizada em uma politriz automática da marca STRUERS Labopol-5.

O polimento foi feito com uma velocidade de rotação de 250 rpm, durante 10 minutos com pastas de diamante de 3 e 9 μm , com mantas próprias para cada solução e, em seguida, mais cinco minutos com solução de sílica coloidal (OP-U) em pano aveludado.

Para a análise da morfologia das fibras foram obtidas imagens em microscópio óptico, sobre iluminação campo escuro, de toda a superfície da amostra. As imagens foram captadas com uma ampliação de 50x por uma Câmera Spot Insight QE associada ao microscópio óptico Nikon Model Epiphot 200, disponível no Departamento de Engenharia de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP.

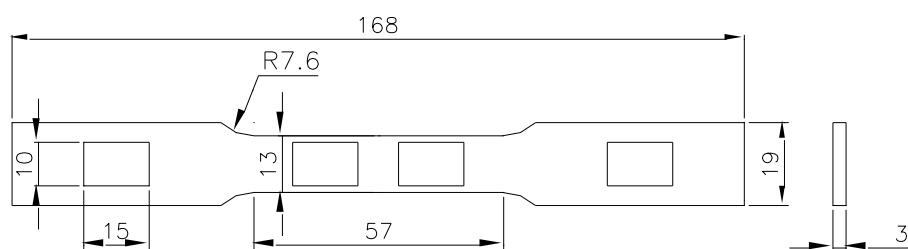


Figura 3.14 - Esquema das amostras que foram utilizadas para a microscopia óptica.

As imagens obtidas foram processadas digitalmente através do software NIH *Image J*, de domínio público, seguindo etapas de conversão para escala de cinza, aplicação de filtro através de transformada de Fourier (*FFT/Bandpass filter*), aplicação da limiarização (*Threshold*), resultando em uma imagem binária, aplicação do filtro *Binary/fill holes* e análise das partículas de fibra através da ferramenta *Set*

Measurements.

Para a obtenção dos valores das dimensões e do parâmetro de forma de cada partícula analisada foram aplicados em cada imagem binária os recursos *Set Measurement/Fit Ellipse* e *Set Measurement/Shape Descriptors*, que medem os diâmetros (máximo e mínimo) e a circularidade de cada partícula.

Os valores de circularidade foram calculados de acordo com a Equação (3) e variam de 0 a 1, sendo que quanto mais próximo de 1 mais circular é a partícula analisada:

$$\text{Circularidade} = \frac{4 * \pi * \text{Área}}{\text{Perímetro}^2} \quad (3)$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Obtenção e tratamento químico das fibras

As fibras de coco verde quando extraídas da casca apresentavam o aspecto indicado na imagem da Figura 4.1(a), com diâmetros e comprimentos variados. Após a extração, as fibras foram trituradas até se tornarem um pó fino, como observado na imagem da Figura 4.1(b).



Figura 4.1 - (a) Fibras de coco após extração; (b) Fibras de coco moídas

As fibras em forma de pó passaram por uma classificação granulométrica com o objetivo de manter a uniformidade das dimensões, sendo que as fibras utilizadas para o processamento dos compósitos foram as fibras passantes da peneira de 48 mesh (abertura de 0,3 mm) .

Após a classificação granulométrica foi realizado o tratamento de mercerização para remover parte das substâncias amorfas e sujeiras presentes na fibra. Após este tratamento, as fibras apresentaram uma alteração na tonalidade, passando de marrom para marrom escuro (Figura 4.2(a)). Segundo Rosa et al. (2009), esta mudança na tonalidade é um indicativo qualitativo de que o efeito esperado para o tratamento alcalino foi alcançado, ou seja, foi possível remover parte das substâncias amorfas tais como ceras, extrativos, lignina e hemicelulose.



Figura 4.2 - (a) Fibras de coco mercerizadas (FCM); (b) Fibras de coco branqueadas (FCB).

As fibras tratadas com solução alcalina foram então branqueadas com o objetivo de intensificar os efeitos do tratamento alcalino, removendo a lignina residual e aumentando a exposição da celulose. Após o branqueamento, as fibras passaram de marrom para amarelo claro (Figura 4.2(b)), indicando que assim como observado no tratamento alcalino, o branqueamento atingiu os resultados esperados.

As fibras de bagaço foram recebidas na forma como mostra a Figura 4.3 (a). Essas fibras foram trituradas e, em seguida, peneiradas até a obtenção de um pó fino na mesma granulometria das fibras de coco.

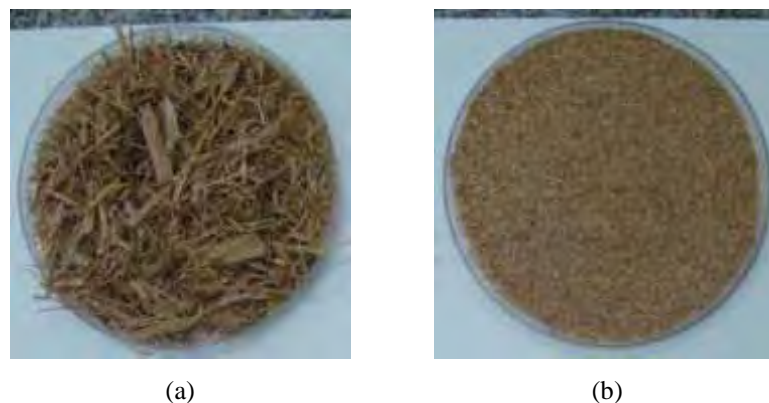


Figura 4.3 - (a) Fibras de bagaço após extração; (b) Fibras de bagaço moídas.

As fibras trituradas (Figura 4.3 (b)) passaram pelos mesmos tratamentos de mercerização e branqueamento e sofreram alteração de cores menos intensas quando comparadas às fibras de coco. As imagens das fibras de bagaço após os tratamentos de mercerização e branqueamento podem ser observadas nas Figuras 4.4(a) e 4.4(b),

respectivamente.



Figura 4.4 - (a) Fibras de bagaço mercerizadas (FBM); (b) Fibras de bagaço branqueadas (FBB).

As fibras lignocelulósicas são compostas basicamente por lignina, celulose e hemicelulose, além de ceras, extrativos e cinzas. A quantidade de cada um destes componentes presentes nas fibras varia de acordo com o tipo de fibra (casca do coco, bagaço, juta, sisal entre outras) além do tempo de maturação da planta e do solo onde foi cultivada (WALLENBERGER; WESTON, 2004).

A celulose, hemicelulose e lignina são responsáveis pelas características de comportamento térmico e mecânico desses materiais. Sendo assim, é de fundamental importância determinar a quantidade de cada um desses componentes presentes na fibra.

Nesta análise, para a caracterização química do material lignocelulósico, foi utilizada uma hidrólise ácida com ácido sulfúrico, o que provoca a despolimerização do polissacarídeo (GOUVEIA et al., 2009).

No caso da hemicelulose, as maiores frações obtidas são de xilose, ácido acético e furfural. Já para a celulose são formados a glicose e o hidroximetilfurfural (HMF), que pode ser convertido a ácido fórmico (GOUVEIA et al., 2009).

A quantidade determinada para cada um desses componentes separadamente está detalhada na memória de cálculo no Anexo 2 - Determinação da composição química das fibras.

As análises foram realizadas em duplicata e a média dos valores para cada um dos componentes contidos nas fibras de coco e de bagaço de cana nas condições “*in natura*”, mercerizadas e branqueadas estão apresentadas na Tabela 4.1 e no gráfico da

Figura 4.5.

Tabela 4.1- Composição química (%) das fibras de bagaço de cana e casca do coco verde.

Fibras	Hemicelulose	Celulose	Lignina	Cinzas	Total
FB	20,8	62,2	12,9	1,5	97,4
FBM	-	-	-	-	-
FBB	19,2	62,7	7,8	0,6	90,3
FC	10,6	52,8	33,5	3,7	100,7
FCM	11,3	53,8	31,5	0,4	96,9
FCB	12,0	58,4	19,2	0,5	90,1

Analisando-se os resultados, foi possível observar que, de maneira geral, as fibras de bagaço de cana possuem maior porcentagem de celulose e menor porcentagem de lignina em sua composição, quando comparadas às fibras de coco. Este resultado já era esperado, visto que, na literatura muitos trabalhos destacam a maior quantidade de lignina da fibra de coco frente às outras fibras naturais (ESMERALDO, 2006).

Como a análise é dada em relação ao percentual de cada componente na massa total da fibra, com a realização dos tratamentos químicos verificou-se que a remoção de um dos componentes acarretou no aumento percentual do outro.

Nas fibras de coco mercerizadas e branqueadas, o aumento da porcentagem de celulose se deu com a diminuição do teor de cinzas e de lignina, e com a perda de material que ocorreu durante a separação dos componentes. Esta perda de material também justifica o fato do total ser menor que 100%. Neste caso, a perda de material foi de 10%, um valor considerado alto para este tipo de análise.

Para as fibras de coco branqueadas, tanto o aumento da celulose, quanto a redução da lignina foram mais expressivos, indicando a importância em se realizar este tratamento após o tratamento alcalino.

Foi possível concluir que a mercerização provocou a remoção dos constituintes amorfos, não sendo capaz de remover uma quantidade significativa de lignina. Este fato está relacionado às condições experimentais brandas adotadas neste trabalho, isto é, baixa concentração de álcali e temperatura ambiente.

Em trabalhos que utilizaram maiores concentrações de álcali e/ou temperaturas mais elevadas, o tratamento mostrou-se mais eficiente na remoção da lignina (SAHA et al., 2010).

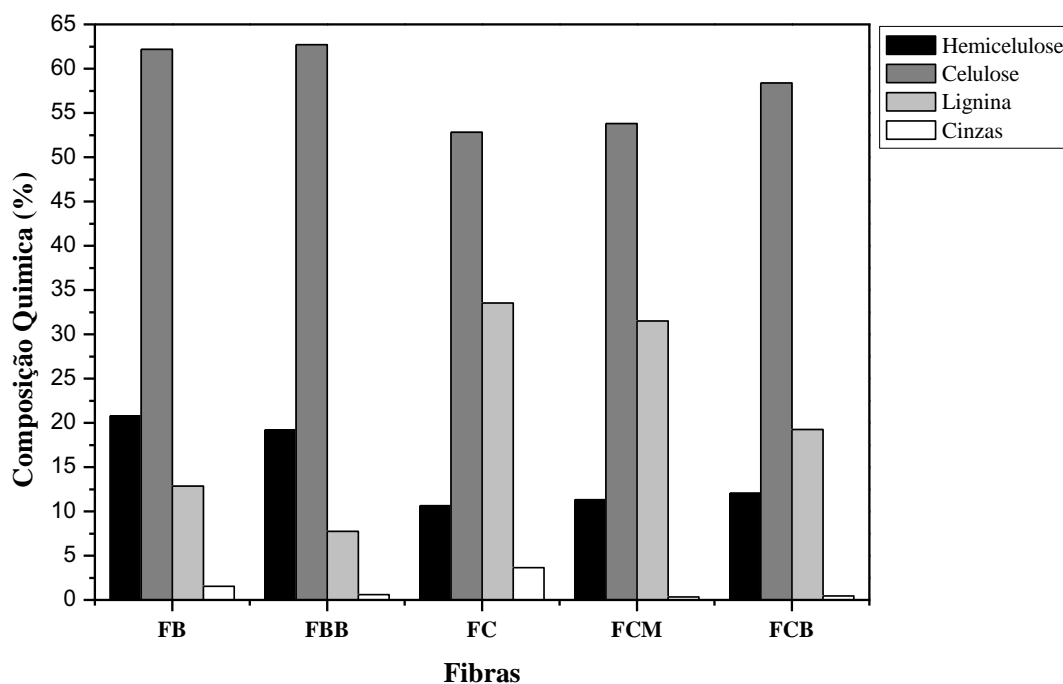


Figura 4.5 - Composição química das fibras de bagaço de cana e casca do verde com diferentes tratamentos químicos.

Para as fibras de bagaço, embora não tenha sido possível realizar a análise química das fibras mercerizadas, foi possível concluir que, com a realização dos tratamentos químicos houve uma redução nos teores de hemicelulose, lignina e cinzas com consequente aumento no teor de celulose.

Comparando-se com as fibras de coco, o aumento no percentual de celulose das fibras de bagaço foi menos significativo. Isto porque, neste caso, a remoção de lignina foi menor, devido à menor quantidade deste componente nas fibras do bagaço de cana.

4.2 Raios X das fibras naturais

Os difratogramas de raios X das fibras de coco e de bagaço nas condições “*in natura*”, mercerizadas e branqueadas estão representadas nas Figuras 4.6 e 4.7. Para as fibras com diferentes tratamentos foi observado a ocorrência de dois picos intensos,

próximo aos valores de $2\theta = 16^\circ$ e 22° . O pico em $2\theta = 16^\circ$ corresponde ao plano cristalográfico (101) e os picos em $2\theta = 22^\circ$ e 34° correspondem aos planos (002) e (023) ou (004), respectivamente (SPINACÉ et al., 2009; GUIMARÃES et al., 2010). Segundo Troedec et al. (2008), o plano cristalográfico (002) corresponde à celulose nativa denominada celulose I.

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

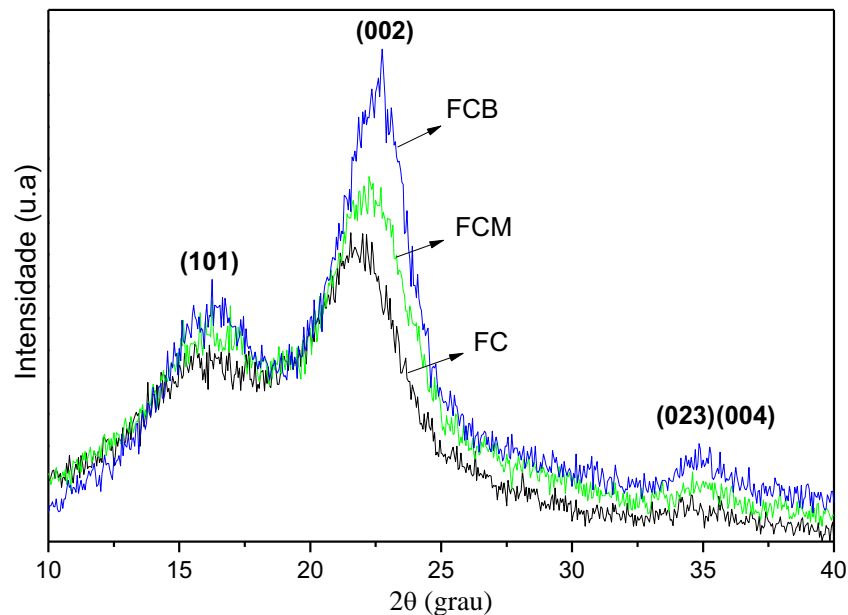


Figura 4.6 - Difração de raios X das fibras de coco verde.

A análise dos difratogramas de raios X indicou que as características dos sinais das fibras com diferentes tratamentos foram semelhantes. No entanto, os picos das fibras mercerizadas e branqueadas foram mais intensos e definidos se comparados aos das fibras “*in natura*”, indicando que ambos os tratamentos foram adequados na remoção de parte do material amorfo constituinte da fibra. A remoção do material amorfo promoveu um melhor empacotamento das microfibrilas de celulose, aumentando o teor de cristalinidade da amostra, o que se reflete no aumento de intensidade e estreitamento dos picos 101 e 002 (PICKERING, 2008).

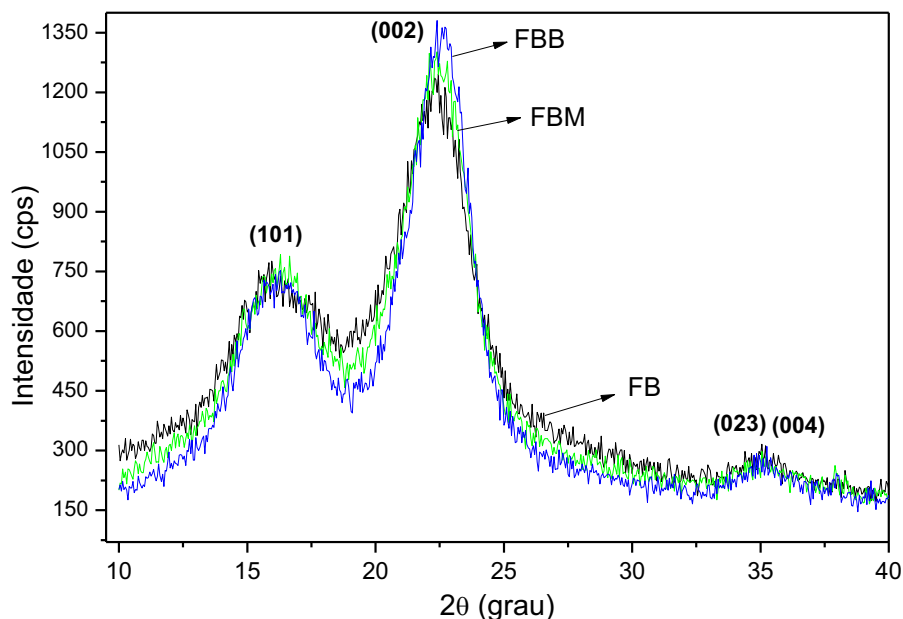


Figura 4.7 - Difração de raios X das fibras de bagaço de cana.

Os índices de cristalinidade obtidos para as fibras variaram de acordo com a origem (bagaço de cana ou coco) e com o tratamento químico realizado, e estão apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Índice de cristalinidade das fibras de coco verde e bagaço de cana.

Material	I(am)	I(002)	Ic (%)
FC	500,64	876,05	43
FCM	770,46	1514,76	49
FCB	1061,14	2261,42	60
FB	1243,21	766,54	58
FBM	1303,47	793,14	65
FBB	1382,17	751,94	72

As fibras de coco, em geral, apresentaram menores índices de cristalinidade quando comparadas às fibras de bagaço, o que é atribuído à maior quantidade de lignina presente na fibra de coco, como foi observado através da análise de composição química.

Com a realização dos tratamentos químicos, as fibras de coco apresentaram um aumento de 14% no índice de cristalinidade das fibras mercerizadas e de 38% para as fibras branqueadas quando comparadas às fibras “*in natura*”.

Para as fibras de bagaço, o aumento da cristalinidade das fibras tratadas quimicamente em relação às fibras “*in natura*” foi de 11% para as mercerizadas e 23% para as branqueadas.

O maior índice de cristalinidade das fibras branqueadas, frente às fibras apenas mercerizadas, foi associado à remoção da lignina residual com o branqueamento.

4.3 FTIR das fibras lignocelulósicas

Os espectros obtidos, na região do infravermelho, das fibras sujeitas a diferentes condições de tratamentos, possibilitaram monitorar a eficácia dos tratamentos através do aumento e/ou redução de intensidade de picos relacionados a grupos funcionais característicos.

Na Tabela 4.3 estão descritas as principais bandas observadas nos espectros de FTIR para as fibras lignocelulósicas.

Tabela 4.3 - Principais vibrações na região do FTIR observadas nas fibras naturais (TROEDEC et al., 2008)

Número de onda (cm⁻¹)	Vibrações	Fonte
3300	O-H deformação axial	Polissacarídeos
2885	C-H estiramento simétrico	Polissacarídeos
2850	CH ₂ estiramento simétrico	Gorduras
1732	C=O estiramento	Xilanas (hemicelulose)
1650-1630	OH (água)	Água
1505	C=C estiramento simétrico aromático	Lignina
1335	C-O anel aromático	Celulose
1240	C-O grupo aril	Lignina
1162	C-O-C estiramento assimétrico	Celulose, hemicelulose
895	Ligações glicosídicas simétricas	Polissacarídeos
670	C-OH ligação fora do plano	Celulose

Os espectros de infravermelho das fibras de coco e de bagaço de cana com diferentes tratamentos estão apresentados nos gráficos das Figuras 4.8 e 4.9, respectivamente.

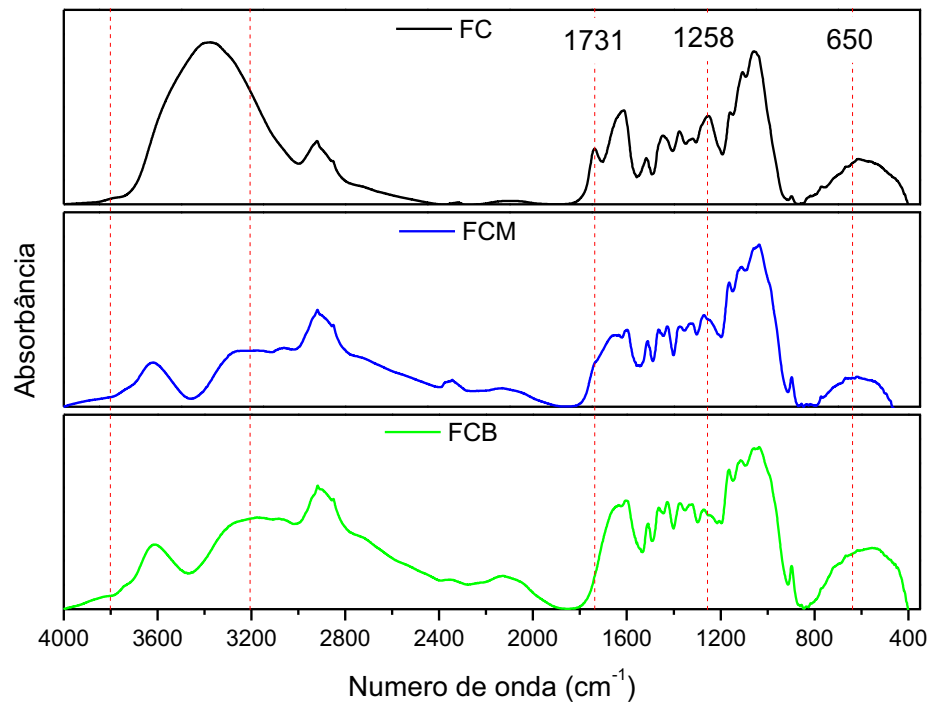


Figura 4.8 - Espectros na região do infravermelho ($400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$) das fibras do coco verde.

Analisando-se os espectros das fibras de coco e de bagaço, foi possível identificar uma banda de absorção entre $3200\text{ e }3800\text{ cm}^{-1}$ que representa a deformação axial da ligação O-H presente nos polissacarídeos, a qual diminuiu de intensidade e de largura com a realização dos tratamentos químicos.

Segundo Saha et al. (2010) a redução da intensidade desta banda está relacionada à quebra da ligação de hidrogênio entre os grupos O-H das moléculas de celulose e hemicelulose.

O pico referente ao estiramento da ligação C=O presente nas xilanas apresentou uma redução de intensidade, praticamente desaparecendo nos espectros das fibras de coco onde o pico ocorreu em 1731 cm^{-1} e das fibras de bagaço na região de 1743 cm^{-1} .

As absorções da região de 1258 cm^{-1} para as fibras de coco e na região 1249 cm^{-1} para as fibras de bagaço também apresentaram diminuição de intensidade, indicando a remoção da lignina com os tratamentos químicos, como observado na análise de composição química. A absorção nesta região está relacionada ao grupo C-O presente na lignina.

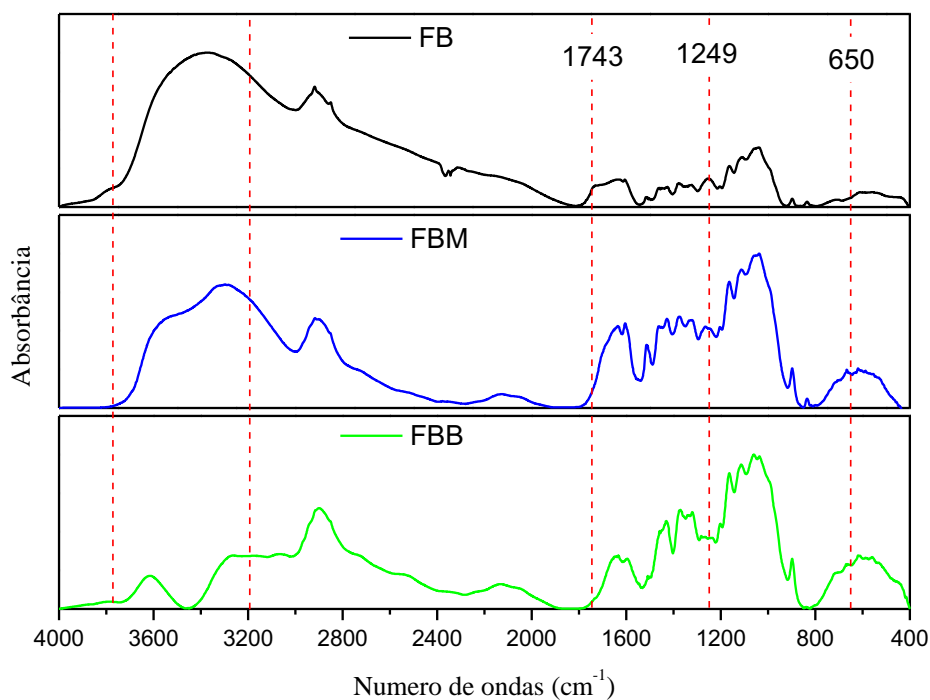


Figura 4.9 - Espectros na região do infravermelho (400-4000 cm^{-1}) das fibras de bagaço de cana.

Nos espectros das fibras de coco e de bagaço tornou-se visível, também, um aumento da intensidade no pico entre 400 e 800 cm^{-1} , que está relacionada à vibração da ligação fora do plano do grupo C-OH presente na celulose. O aumento de intensidade nesta banda indicou a maior exposição da celulose, devido à remoção de material amorfo pelos tratamentos químicos.

No caso particular das fibras de coco, este aumento de intensidade do pico em 650 cm^{-1} foi mais evidente para as fibras branqueadas.

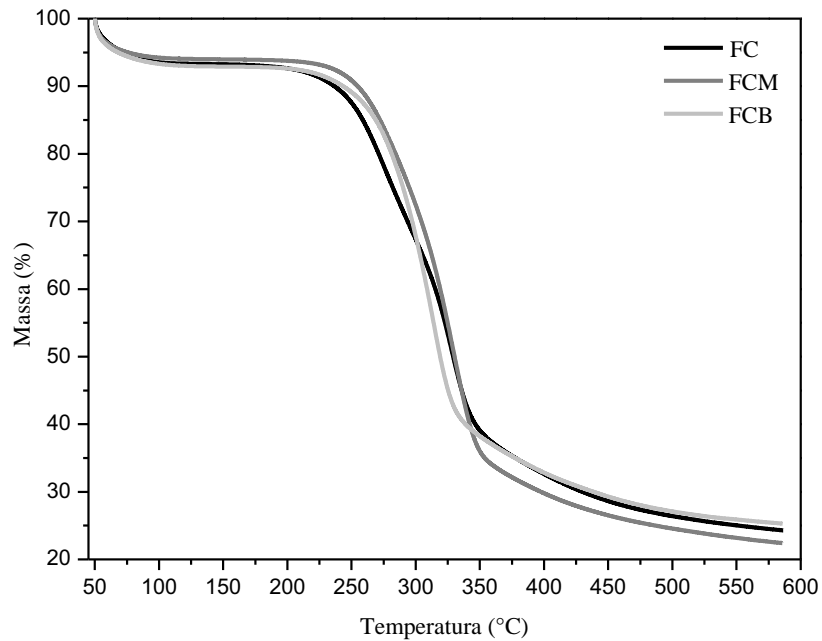
4.4 Análise térmica das fibras

As fibras de coco verde e de bagaço de cana de açúcar ambas “*in natura*”, mercerizadas e branqueadas, foram analisadas por termogravimetria com o objetivo de avaliar a influência dos tratamentos químicos na estabilidade e nas propriedades térmicas das fibras.

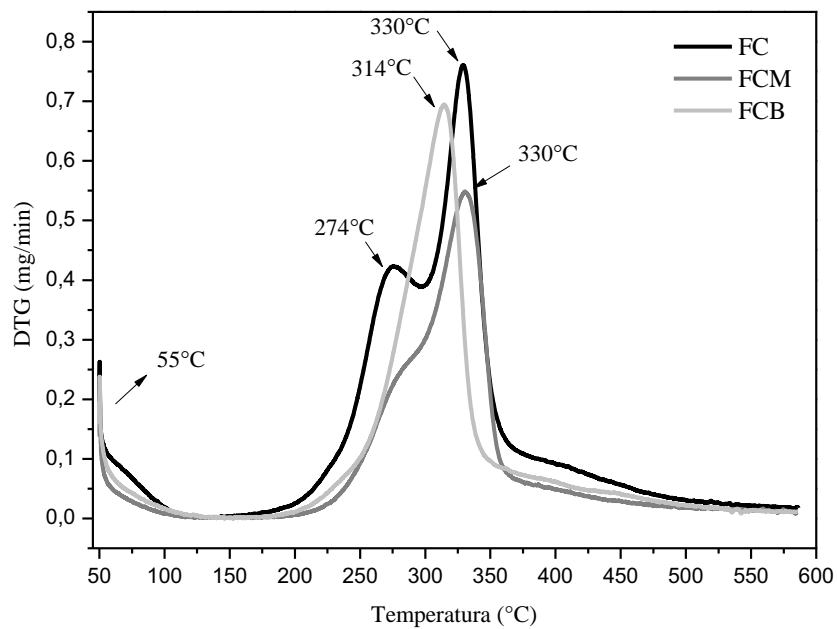
As curvas de TGA e DTG das Figuras 4.10 e 4.11 apresentam a perda de massa relativa à degradação térmica das fibras nas diferentes condições de tratamento.

Com a análise da curva de TGA observou-se que as fibras são estáveis

termicamente no intervalo aproximado de temperatura entre 100°C e 200°C. A partir desta temperatura, as fibras começaram a se decompor até a perda máxima de massa próxima a 600°C.



(a)



(b)

Figura 4.10 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para as fibras da casca do coco verde, sob atmosfera de N₂.

A decomposição das fibras de coco foi caracterizada por três picos distintos, que

podem ser observados nas curvas de DTG da Figura 4.10(b). O primeiro pico é referente à perda de umidade que ocorreu abaixo de 100°C. O segundo pico representa a decomposição de componentes amorfos, na faixa entre 200°C e 300°C, apresentando um pico em 274°C. Este pico é mais evidente para as fibras “*in natura*”, tornando-se menos intenso nas fibras mercerizadas e quase imperceptível nas fibras branqueadas.

O desaparecimento deste pico com os tratamentos das fibras indicou que grande parte dos constituintes amorfos foi removida pelos tratamentos de mercerização e branqueamento, como já constatado nas análises de composição química e FTIR.

O terceiro pico, na faixa de 300°C a 400°C, em 330°C para as fibras “*in natura*” e mercerizadas e, 314°C para as fibras branqueadas, é devido à perda de massa promovida pela decomposição térmica da celulose.

Este mesmo comportamento térmico foi observado por Rosa et al. (2009) no estudo de fibras de coco “*in natura*”, lavadas com água e tratadas com NaOH 10% (m/v) a 70°C.

A mudança de inclinação da curva próxima à temperatura de 400°C está relacionada aos processos de decomposição que envolvem reações simultâneas, como quebra das ligações C-C da lignina, liberação de água, CO e CO₂ (CASTRO, 2010).

Os parâmetros de decomposição térmica das fibras de coco estão apresentados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Perda de massa e temperaturas de degradação para as fibras de coco.

Amostra	ΔT (°C)	T_{pico} (°C)	T_{onset} (°C)	Perda de Massa (%)	Resíduo (%)
FC	50-100	55		6,5	23,6
	170-300	274	170	25,8	
	300-380	330		32,6	
FCM	50-100	55		5,8	21,9
	200-300	274	200	21,4	
	300-380	330		40,7	
FCB	50-100	55		6,7	24,5
	200-350	314	200	54,4	

A temperatura inicial de degradação foi considerada com base na norma ASTM E2550 que descreve, entre outros, os métodos de determinação das temperaturas nas

quais os materiais começam a se decompor usando termogravimetria.

Desta forma, a temperatura *onset* (T_{onset}) foi determinada a partir da curva de DTG, sendo considerada como a temperatura da primeira inflexão da linha base.

A temperatura inicial de degradação das fibras de coco tratadas quimicamente foi 15% maior que a das fibras “*in natura*”, indicando, assim, que o tratamento de mercerização proporcionou maior estabilidade térmica à fibra.

A fibra de coco “*in natura*” apresentou uma maior perda de massa no intervalo de 50°C a 300°C associada à maior concentração de componentes que foram posteriormente removidos com os tratamentos químicos.

Embora a temperatura inicial de degradação das fibras de coco ($T_{onset} = 170^\circ\text{C}$) tenha ficado abaixo da temperatura de processamento dos compósitos (210°C), a perda de massa entre 200°C e 210°C foi algo em torno de 0,15%, valor que não altera as propriedades das fibras, sendo perfeitamente possível utilizá-las como reforço na matriz de HIPS.

Analisando as curvas termogravimétricas das fibras de bagaço, dispostas no gráfico da Figura 4.11, pode-se destacar que a decomposição térmica ocorreu em três estágios para a fibra “*in natura*” e em apenas dois estágios para as fibras mercerizadas e branqueadas.

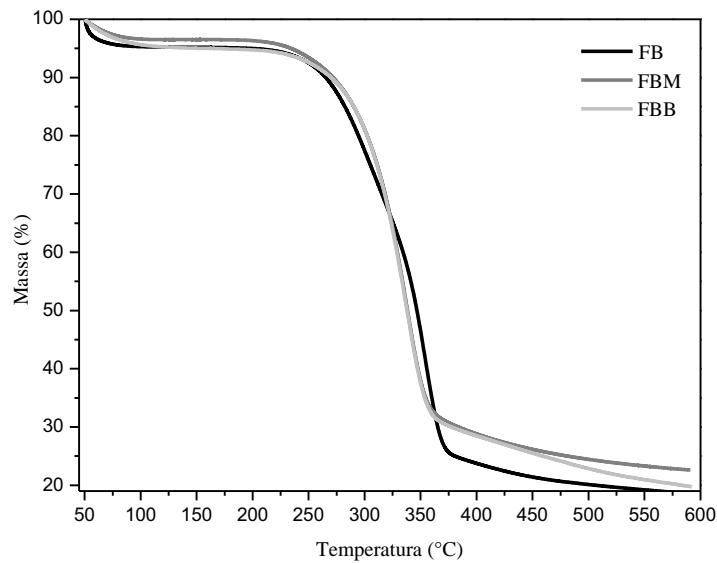
Assim como nas fibras de coco, o primeiro estágio deve-se à perda de umidade e o segundo estágio está relacionado com a decomposição dos constituintes amorfos. Este segundo estágio não apareceu nas curvas das fibras tratadas, pois os materiais amorfos foram removidos com os tratamentos químicos.

O terceiro e último estágio de degradação, pico em 355°C, é decorrente da degradação térmica da celulose. Este pico aparece deslocado para temperaturas menores nas fibras tratadas, devido à maior exposição da celulose nestas fibras. O mesmo deslocamento foi observado para as fibras de coco branqueadas.

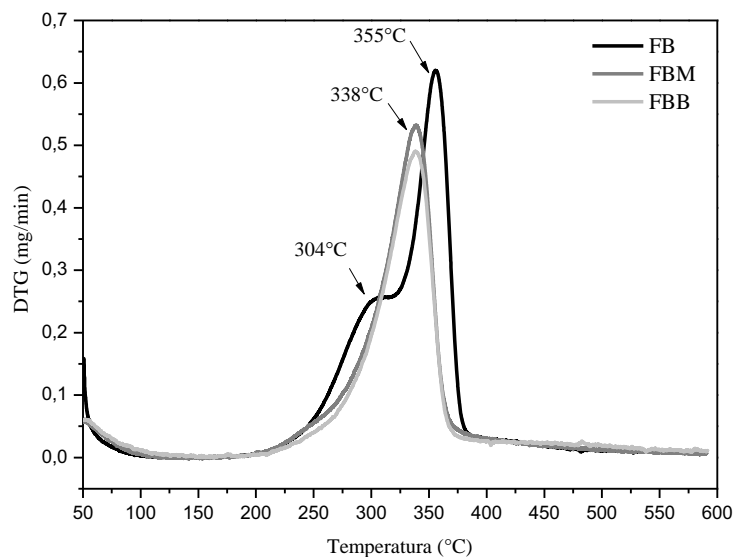
O deslocamento e o estreitamento dos picos das fibras tratadas quimicamente podem ser explicados também pela composição química mais homogênea das fibras.

Analisando-se os dados térmicos das fibras de bagaço de cana, apresentados na Tabela 4.5, observou-se que, assim como nas fibras de coco, o tratamento de mercerização aumentou a estabilidade térmica da fibra e o branqueamento subsequente

não exerceu influência significativa.



(a)



(b)

Figura 4.11 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para as fibras do bagaço de cana, sob atmosfera de N_2 .

A perda de massa no intervalo entre 200°C e 400°C foi maior para a fibra “*in natura*”, devido à maior quantidade de componentes amorfos. Entre as fibras mercerizadas e branqueadas as perdas de massa nesta faixa de temperatura foram próximas, confirmando a pouca influência do branqueamento nas propriedades térmicas das fibras quando comparado à mercerização.

Tabela 4.5 - Perda de massa e temperaturas de degradação para as fibras de bagaço de cana.

Amostra	ΔT °C	T_{pico} °C	T_{onset} °C	Perda de Massa (%)	Resíduo (%)
FB	50-100	55		4,7	
	200-325	304	200	29,8	18,7
	325-400	355		41,5	
FBM	50-100	55		3,4	22,6
	200-400	338	210	67,5	
FBB	50-100	55		4,4	19,8
	200-400	338	210	66,3	

4.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises por microscopia eletrônica de varredura teve por objetivo determinar as características das fibras “*in natura*” e tratadas quimicamente, quanto à morfologia e ao aspecto superficial, além de avaliar o efeito dos tratamentos químicos sobre a superfície das mesmas.

As micrografias das fibras de bagaço de cana “*in natura*”, mercerizadas e branqueadas estão dispostas na Figura 4.12.

Analisando as imagens das fibras “*in natura*” (Figuras 4.12(a) a (c)), observou-se uma camada lisa superficial, que representa a casca da fibra, associada à presença de ceras e extrativos, além dos constituintes amorfos como a lignina e a hemicelulose. Com o tratamento de mercerização, (Figura 4.12 (d) a (f)), as fibras mais externas apresentaram uma superfície rugosa com as fibrilas mais soltas, devido ao efeito da remoção da lignina. Considerando que a lignina atua como um ligante entre as fibrilas, ao ser retirada provocou o processo de fibrilação.

Na micrografia da Figura 4.12 (f) foi possível observar a presença de “*pits*”, que são pequenos orifícios distribuídos ao longo das fibras naturais, presentes na superfície mais próxima à casca das fibras, responsáveis por transportar água e alimento na planta. A presença dos “*pits*” ajuda na ancoragem mecânica da fibra com a matriz polimérica. Estão presentes na maioria das fibras naturais, porém, permanecem cobertos pela camada superficial das fibras que foi retirada com o tratamento de mercerização.

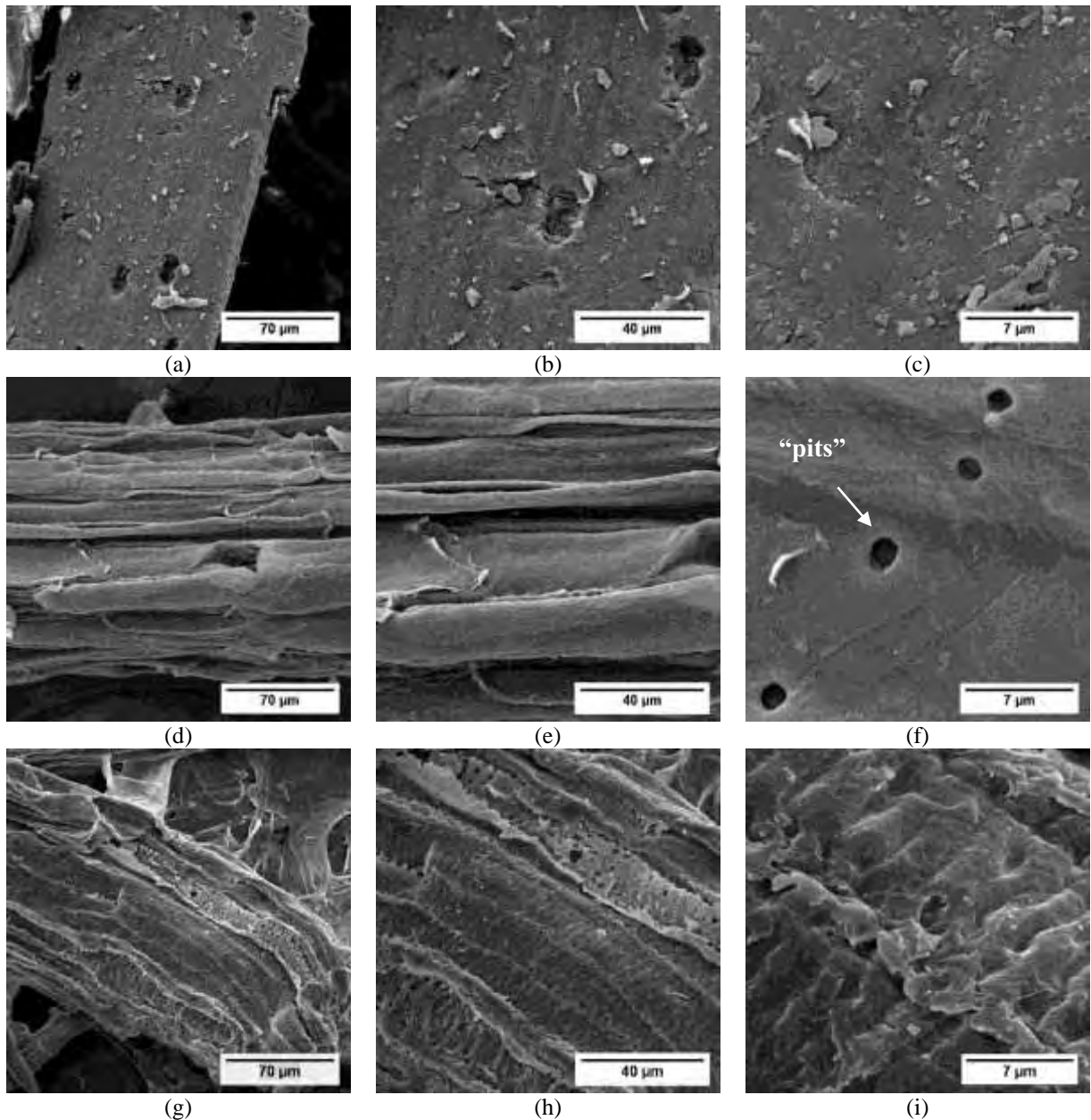


Figura 4.12 - MEV das fibras de bagaço de cana: (a) “in natura” 500x, (b) “in natura” 1000x, (c) mercerizada 500x, (d) mercerizada 1000x, (e) branqueada 500x e (f) branqueada 1000x.

As fibras de bagaço branqueadas (Figura 4.12 (g) a (i)) apresentaram a superfície de fibras mais internas, com a presença de vasos de xilemas, que tornam a fibra mais rugosa. Com um maior número de reentrâncias e maior rugosidade, as fibras branqueadas tendem a melhorar a interface nos compósitos. A superfície rugosa das fibras branqueadas foi um indício do efeito do branqueamento na remoção da lignina residual, deixando a superfície mais reativa com a matriz polimérica.

As micrografias das fibras de coco “in natura”, mercerizadas e branqueadas estão

dispostas na Figura 4.13 (a) a (i). As imagens das fibras “*in natura*” são semelhantes às imagens das fibras de bagaço, devido à camada superficial que recobre as fibras naturais. Porém, com a remoção desta camada através da mercerização, foi possível observar que as superfícies das fibras de coco apresentaram um aspecto bem diferenciado das fibras de bagaço.

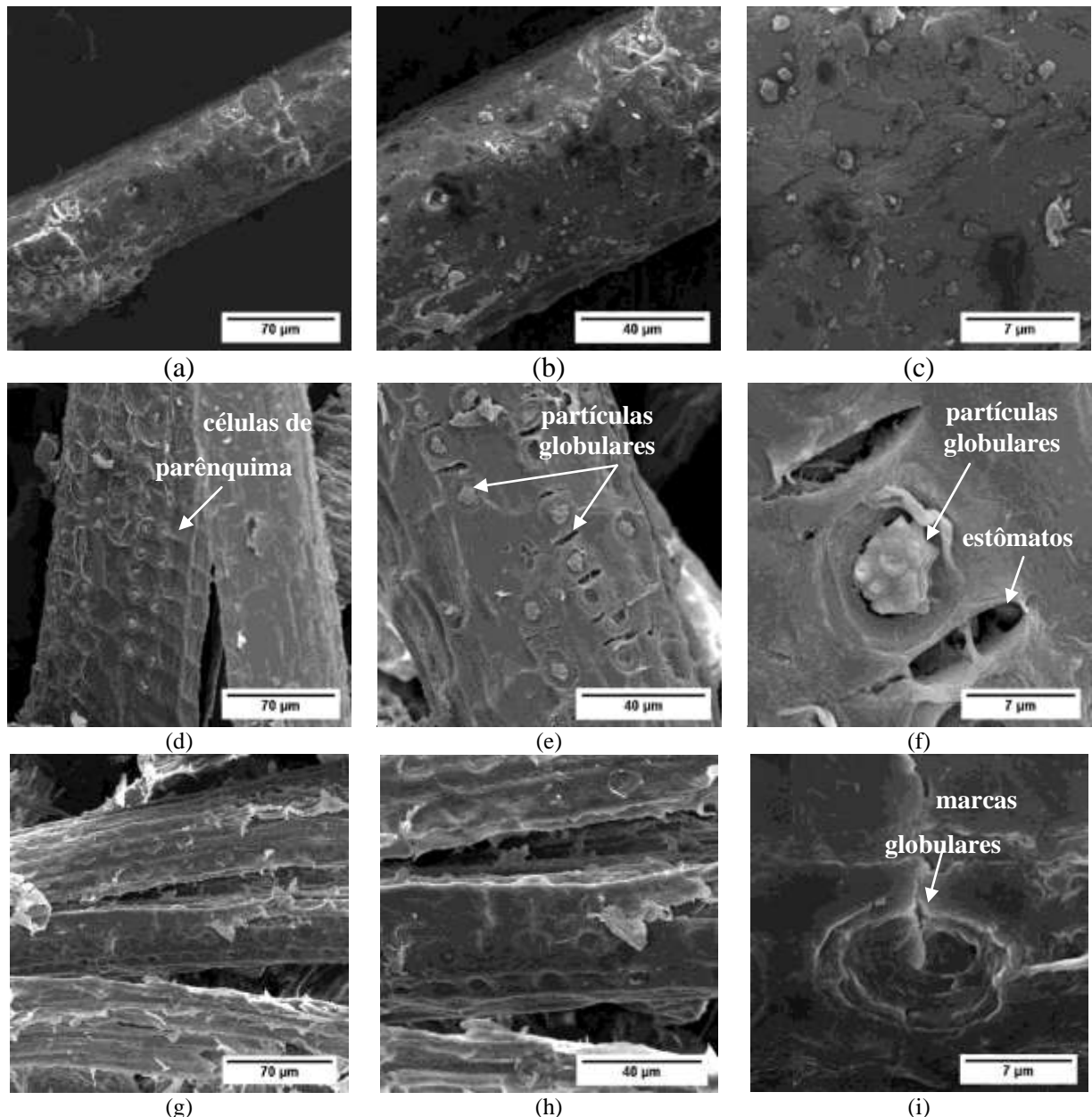


Figura 4.13 - MEV das fibras de coco verde: “*in natura*” (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x; mercerizadas (d) 500x, (e) 1000x, (f) 5000x; e branqueadas (g) 500x, (h) 1000x e (i) 5000x.

Em geral, as fibras lignocelulósicas possuem características morfológicas diferentes, fazendo com que cada fibra natural, dependendo da origem de onde foram

extraídas, apresente características e propriedades específicas. A morfologia das fibras é responsável, tanto pela adesão da fibra com o polímero, quanto pelas propriedades mecânicas desta fibra.

Com a remoção da camada superficial, as fibras de coco mercerizadas (Figuras 4.13 (d) a (f)) apresentaram uma superfície recoberta por células de parênquima, e estômatos, que são características das fibras de coco. Resultados semelhantes foram observados por Brígida et al. (2010) na superfície de fibras de coco tratadas com NaOH e NaOCl.

Dentro de cada célula de parênquima, são encontrados algumas calosidades, ou partículas globulares, encontrada também por autores como Bismarck et al. (2001) e Rosa et al. (2009), que fazem parte da estrutura da fibra e são formadas basicamente por sílica.

A composição destas partículas globulares pode ser verificada através da análise de EDS feita no microscópio eletrônico de varredura. O gráfico de EDS está apresentado na Figura 4.14. O pico de ouro presente no gráfico é proveniente do recobrimento realizado na superfície da amostra durante a etapa de preparação da mesma para análise em MEV.

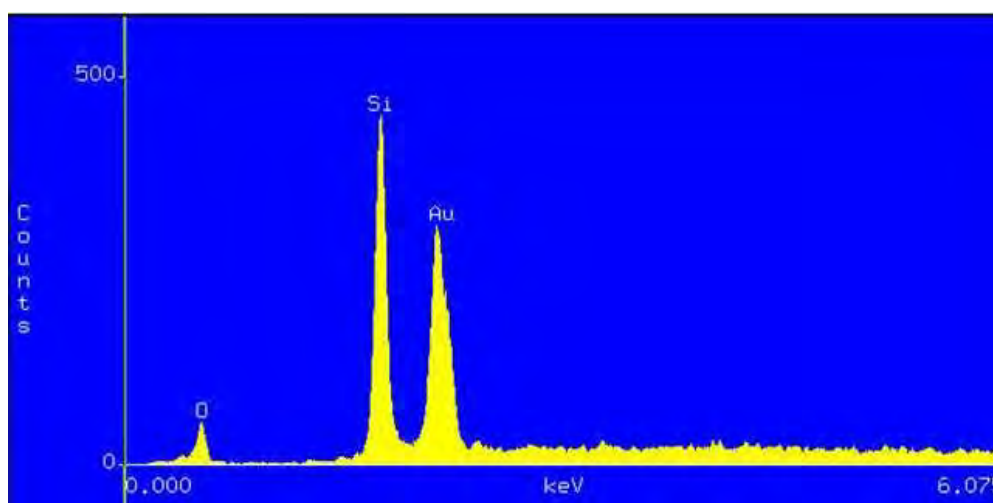


Figura 4.14 - Gráfico de EDS das partículas globulares presentes nas fibras de coco mercerizadas.

Nas imagens das fibras de coco branqueadas, (Figura 4.13 (g) a (h)), as fibras estão mais livres, porém, ainda não foi possível observar o processo de fibrilação ocorrido para as fibras de bagaço, nas quais as fibrilas soltam-se devido à remoção de

lignina.

Este fato pode ser explicado com base na análise de composição química onde foi observado que os tratamentos químicos não foram completamente eficientes na remoção da lignina, de forma que, o teor de lignina nas fibras de coco continuou sendo maior quando comparado às fibras de bagaço, mesmo após os tratamentos.

Contudo, o branqueamento nas fibras de coco foi capaz de remover grande parte das partículas globulares. Com esta remoção, foi possível notar a presença de marcas globulares na superfície das fibras, em destaque na imagem da Figura 4.13 (i). Estas marcas promoveram o aumento da rugosidade superficial das fibras, proporcionando uma maior adesão com a matriz polimérica quando comparadas as fibras de coco apenas mercerizadas.

4.6 Processo de obtenção dos compósitos

A primeira etapa de processamento do material foi a mistura do polímero com a fibra para a obtenção do compósito antes da etapa de injeção.

Nesta etapa, a mistura entre polímero e fibra foi realizada em um misturador termocinético, no qual a mistura ocorreu através da alta rotação das palhetas que aqueciam e fundiam o material.

O próprio equipamento determinava o tempo de processamento, que ao atingir a rotação máxima, necessitava ser desligado. Neste momento, o material já estava fundido. Porém, o tempo para atingir a rotação máxima variava de acordo os materiais a serem misturados, a quantidade de fibra e o aquecimento da máquina. Depois de algum tempo de funcionamento, a cápsula onde o material foi misturado ficava aquecida e então a mistura tendia a acontecer em intervalos de tempos menores.

Na Figura 4.15, tem-se a imagem do material que, após sair do misturador, foi triturado em um moinho granulador. Foi possível observar a formação de uma mistura homogênea, onde a fibra ficou bem dispersa na matriz polimérica fundida.



Figura 4.15 - HIPS/fibra de bagaço branqueada após o processo de mistura e granulação.

O material misturado e granulado foi injetado na forma de corpos de prova para os ensaios de tração e flexão segundo as normas ASTM D638 e D790, respectivamente (Figuras 4.16 e 4.17).

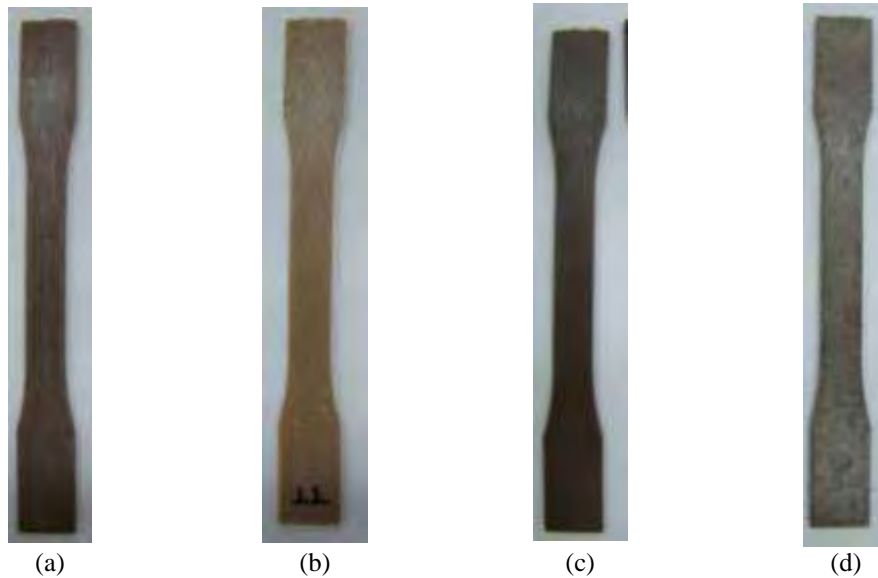


Figura 4.16 - Corpos de prova de tração (tipo I) dos compósitos com 10, 20 e 30% de fibra: (a) HIPS/FCT, (b) HIPS/FCB, (c) HIPS/FBM e (d) HIPS/FBB.



Figura 4.17 - Corpos de prova de flexão dos compósitos com 10, 20 e 30% de fibra de coco e bagaço.

Durante a injeção foram encontrados alguns problemas de processamento, como

entupimento do bico de injeção e perda de material, principalmente para os compósitos reforçados com 30% de fibras. Porém, uma vez acertado os parâmetros de injeção, foi possível obter corpos de prova homogêneos, sem defeitos aparentes e com uma boa distribuição de fibra na matriz, podendo ser observada em escala macroscópica na superfície do material, como mostra a imagem da Figura 4.18.

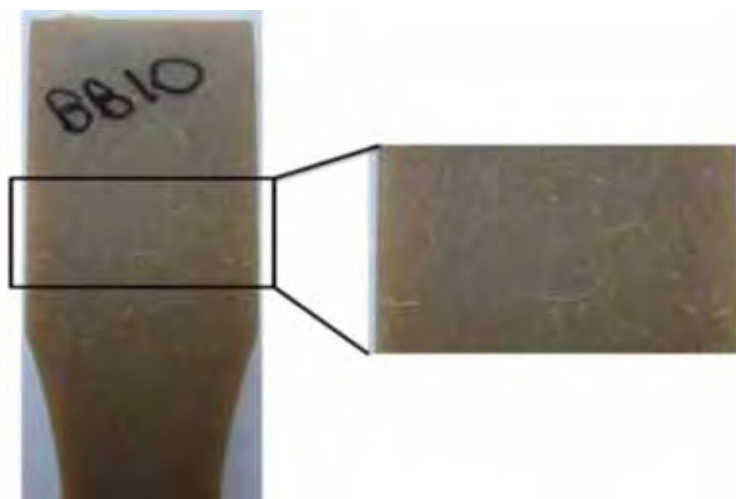


Figura 4.18 - Corpo de prova do compósito HIPS/10FBB. Em destaque a distribuição de fibras na matriz observadas olho nu.

Com as imagens obtidas por microscopia óptica foi possível avaliar qualitativamente a distribuição das fibras na matriz de acordo com a porcentagem de reforço adicionado na manufatura do compósito.

Nas Figuras 4.19 e 4.20 estão apresentadas as imagens de microscopia óptica obtidas da superfície de cada um dos compósitos produzidos.

Analisando as imagens das Figuras 4.19 e 4.20 notou-se que, com o aumento do volume de fibras na matriz, a presença de defeitos foi mais frequente. Isto ocorreu pois, muitas fibras foram arrancadas durante o polimento deixando cavidades na superfície do material.

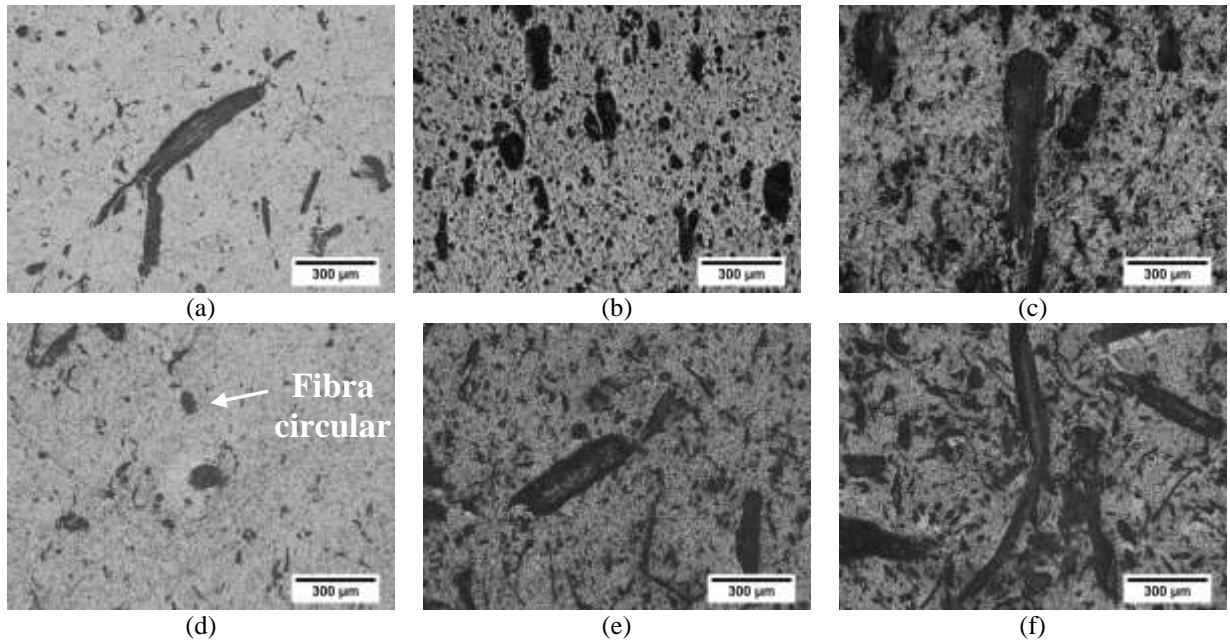


Figura 4.19 - Imagens de microscopia óptica dos compósitos: (a) HIPS/10FCM, (b) HIPS/20FCM, (c) HIPS/30FCM, (d) HIPS/10FCB, (e) HIPS/20FCB e (f) HIPS/30FCB.

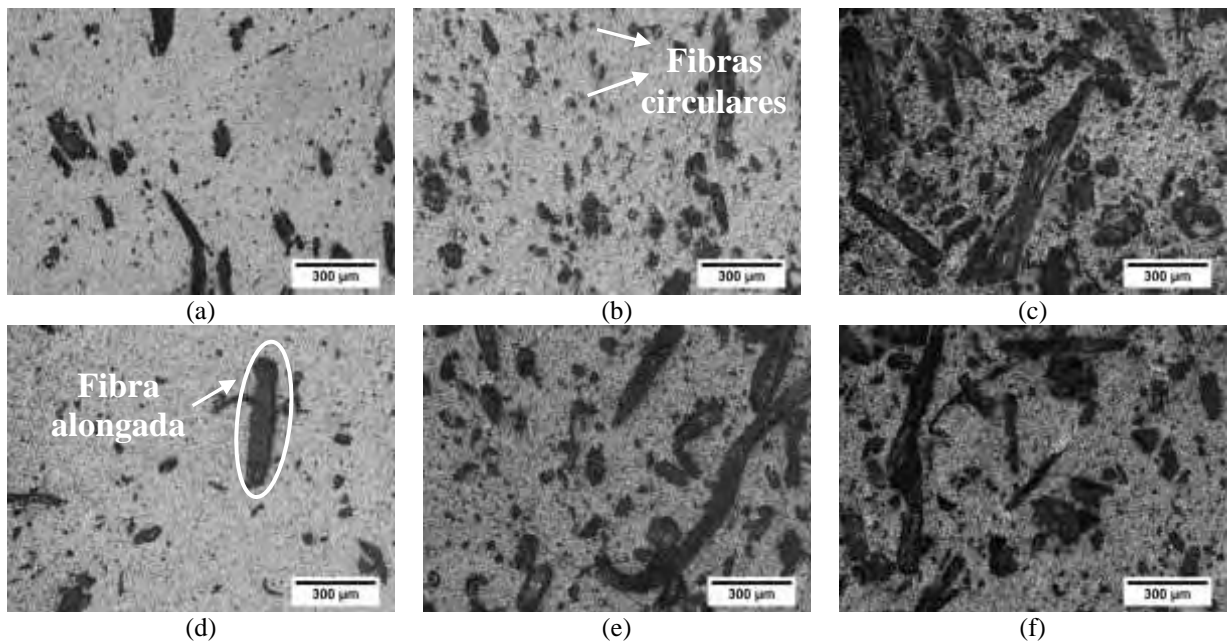


Figura 4.20 - Imagens de microscopia óptica dos compósitos: (a) HIPS/10FBM, (b) HIPS/20FBM, (c) HIPS/30FBM, (d) HIPS/10FBB, (e) HIPS/20FBB e (f) HIPS/30FBB.

Foi possível verificar também a presença de fibras maiores com geometria alongada e de fibras menores com geometrias mais circulares. Vale ressaltar que embora as fibras tenham sido peneiradas, as fibras longas com diâmetros pequenos passaram pela peneira da mesma forma que as partículas de fibras menores e circulares.

Uma análise quantitativa dessa distribuição do tamanho e forma das partículas foi

realizada através do processamento de imagens que está descrito no item 4.7.

4.7 Morfologia das fibras no compósito

Com a análise microscópica da superfície dos compósitos processados com 10, 20 e 30% de fibras naturais, foi possível determinar a morfologia das fibras através de medidas da circularidade. Também foi utilizada uma rotina de processamento na qual foi considerada cada partícula analisada como sendo uma elipse, e, portanto foram obtidos os valores médios dos diâmetros (maior e menor) da elipse.

Para a obtenção destes valores foi realizada uma varredura nas amostras de forma a adquirir imagens de toda a superfície das quatro amostras retiradas de cada um dos corpos de prova de tração. As médias dos valores de circularidade e diâmetro estão apresentadas na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Características dimensionais das fibras de coco e bagaço nos compósitos com HIPS

Amostra	Diâmetro maior (μm)	Diâmetro menor (μm)	Circularidade
HIPS/FCM	18,80	10,74	0,82
HIPS/FCB	16,03	9,19	0,82
HIPS/FBM	17,78	10,01	0,81
HIPS/FBB	19,69	10,48	0,78
HIPS	2,00	1,04	0,73

Como a matriz de HIPS possui micro partículas de polibutadieno, para que essas partículas não fossem consideradas como partículas de fibras, a mesma rotina de processamento de imagens foi realizada para o HIPS puro. Desta forma foi possível separar as partículas de borracha e ou defeitos da matriz das fibras circulares.

Analisando os dados da Tabela 4.6 observou-se não existe uma relação definida entre as dimensões e forma das fibras com o tipo de fibra e tratamento químico. De maneira geral, as fibras adicionadas aos compósitos apresentaram dimensões entre 9 e 20 μm , com circularidade próxima de 0,8.

Comparando estes valores de diâmetro com as imagens da Figura 4.19 e 4.20 foi possível observar que nas micrografias apareceram fibras com dimensões acima de

100 μm , porém a quantidade dessas partículas presentes nos compósitos foi muito pequena perto da quantidade de fibras de dimensões menores.

Um exemplo representativo da distribuição do tamanho das fibras está mostrado no histograma da Figura 4.21. Os histogramas das outras condições estão apresentados no ANEXO 3 - Histogramas da distribuição das dimensões das fibras.

Com a análise do histograma verificou-se que a quantidade de partículas que apresentam diâmetros superiores a 2,0 μm , dimensões das partículas de borracha, foi relativamente pequena perto da quantidade das partículas com dimensões entre 5 e 20 μm de diâmetro.

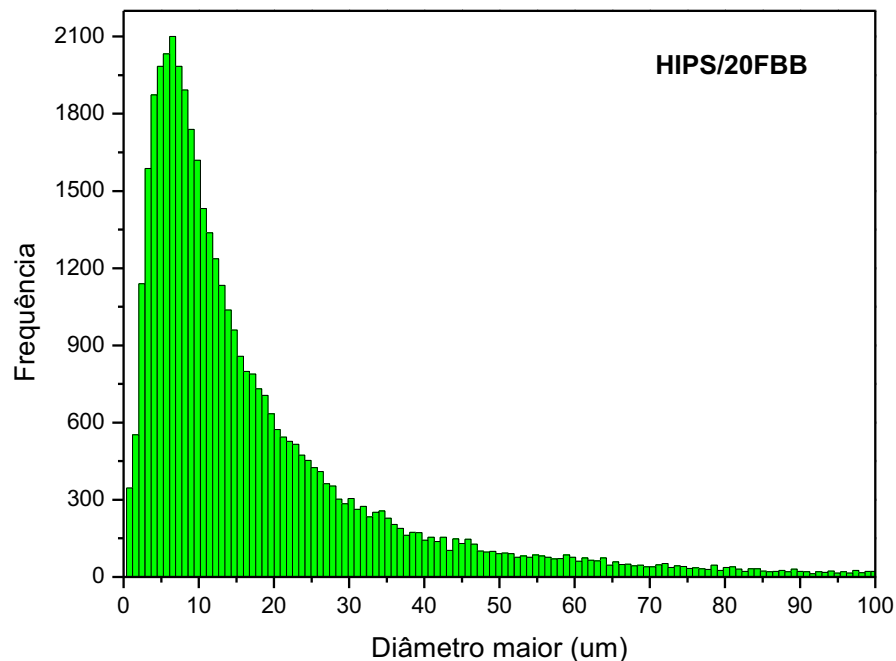


Figura 4.21 - Histograma representando a distribuição do diâmetro das fibras no compósito HIPS/20FBB.

4.8 Caracterização Térmica dos compósitos (TGA)

Com a caracterização por termogravimetria foi possível estabelecer as temperaturas de degradação e o efeito da adição das fibras e do tratamento químico na estabilidade térmica dos compósitos.

Os gráficos de TGA e DTG do poliestireno de alto impacto (HIPS) e de seus compósitos com as fibras de coco estão apresentados nas Figuras 4.22 e 4.23.

Com a análise da curva de TGA observou-se que o HIPS é termicamente estável

no intervalo aproximado de temperatura entre 50°C e 350°C. A partir desta temperatura teve início o processo de decomposição térmica do HIPS, que aconteceu em apenas um estágio até a temperatura de, aproximadamente, 500°C.

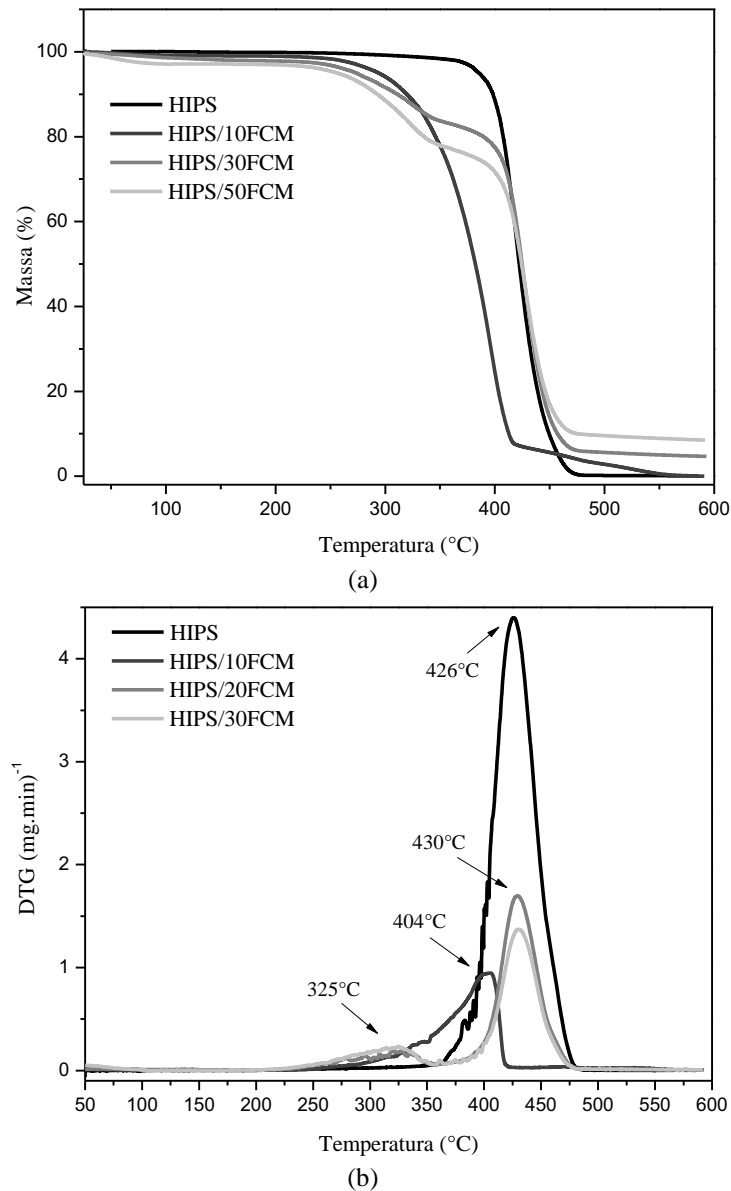


Figura 4.22 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para os compósitos HIPS/ fibras de coco verde mercerizadas, sob atmosfera de N_2 .

Com a adição das fibras de coco mercerizadas e branqueadas houve uma diminuição da estabilidade térmica do material e o processo de degradação passou a ocorrer em dois estágios distintos.

O primeiro estágio, associado à decomposição dos constituintes das fibras, ocorreu entre 200°C e 350°C para os compósitos com 20 e 30% de fibras mercerizadas

e branqueadas.

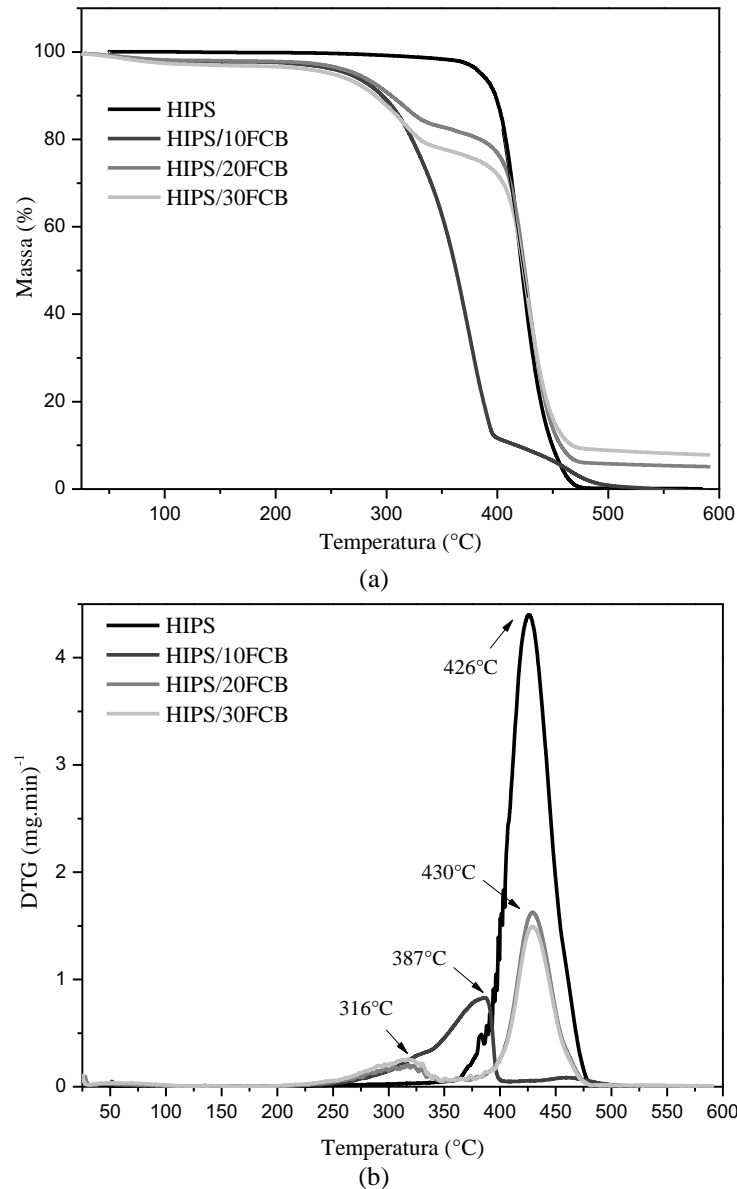


Figura 4.23 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para os compósitos HIPS/ fibras de coco verde branqueadas, sob atmosfera de N₂.

Para o compósito reforçado com 10% de fibra foi possível observar a sobreposição destes dois eventos térmicos, de forma que a decomposição do compósito ocorreu em praticamente um único estágio entre 200°C e 425°C para os compósitos com fibras mercerizadas e entre 200°C e 400°C para os compósitos com fibras branqueadas.

O segundo estágio entre 350°C e 500°C foi associado à decomposição do HIPS.

Os parâmetros de decomposição térmica dos compósitos com fibras de coco estão apresentados na Tabela 4.7. O cálculo da T_{onset} foi realizado seguindo o mesmo

procedimento utilizado na análise termogravimétrica das fibras.

Tabela 4.7 - Perda de massa e temperaturas de degradação para os compósitos com fibras de coco.

Amostra	ΔT °C	T_{pico} °C	T_{onset} °C	Perda de Massa (%)	Resíduo (%)
HIPS	300-500	426	350	99,0	0,1
HIPS/10FCM	200-425	404	260	91,7	0,0
HIPS/20FCM	200-350	325	230	14,1	4,7
	350-500	430	370	78,2	
HIPS/30FCM	200-350	325	230	19,0	8,5
	350-500	430	370	68,4	
HIPS/10FCB	200-400	387	250	86,3	0,0
HIPS/20FCB	200-350	316	250	15,0	5,1
	350-500	430	375	77,0	
HIPS/30FCB	200-350	316	250	18,1	7,8
	350-500	430	375	69,0	

Foi possível observar, com a análise dos dados da Tabela 4.7, que a adição de fibras de coco na matriz polimérica aumentou a quantidade de resíduo no final da degradação térmica de acordo com a quantidade de fibra adicionada.

Como foi visto na análise termogravimétrica das fibras, as fibras de coco e de bagaço apresentaram um nível de resíduos maior no final na análise, devido ao fato destas fibras possuírem constituintes que não sofrem decomposição térmica até a temperatura de 600°C, pela presença de grupos aromáticos (benzeno e anel furano).

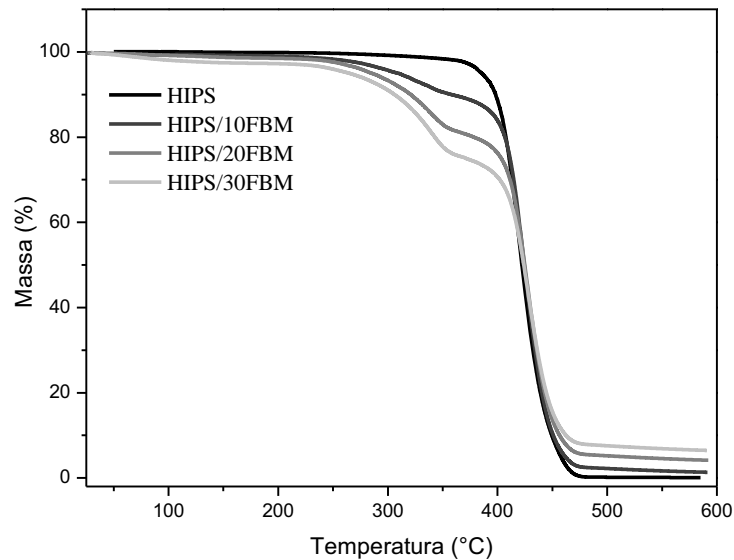
Nas Figuras 4.24 e 4.25 estão os gráficos de TGA e DTG dos compósitos de HIPS reforçados com fibras de bagaço. O comportamento térmico destes compósitos foi muito semelhante aos dos compósitos com fibras de coco.

Para todos os compósitos com fibras de bagaço existiu a ocorrência de dois estágios distintos de decomposição térmica, sendo o primeiro devido à decomposição dos constituintes das fibras e o segundo da decomposição do HIPS.

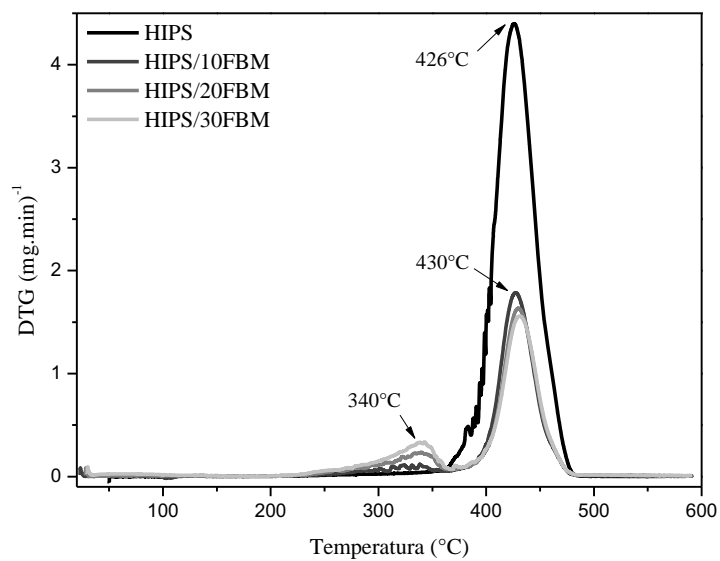
Os dois estágios de decomposição que aparecem nos gráficos de DTG ocorreram nos intervalos de temperatura descritos na Tabela 4.8, sendo o primeiro entre 250°C e 375°C e o segundo entre 375°C e 500°C.

As porcentagens de massa perdida no primeiro estágio de decomposição térmica

dos compósitos, estágio este relacionado à decomposição da fibra, foram próximas às porcentagens de fibras adicionadas nos compósitos.



(a)



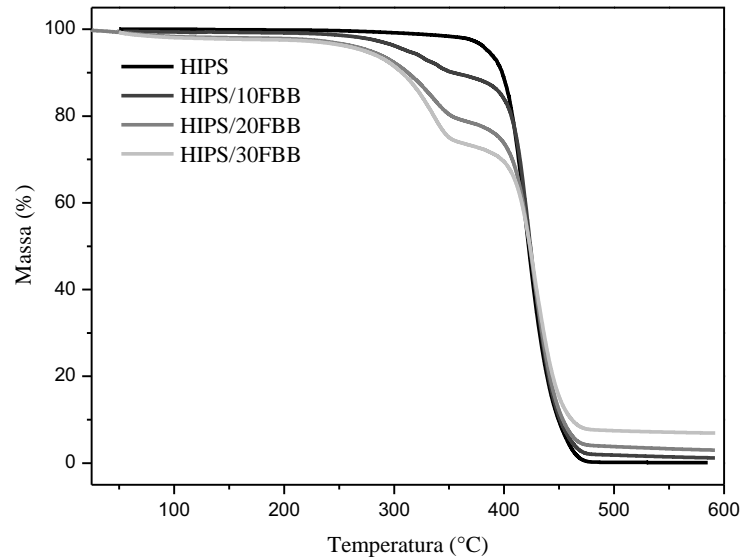
(b)

Figura 4.24 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para os compósitos HIPS/ fibras de bagaço mercerizadas, sob atmosfera de N_2 .

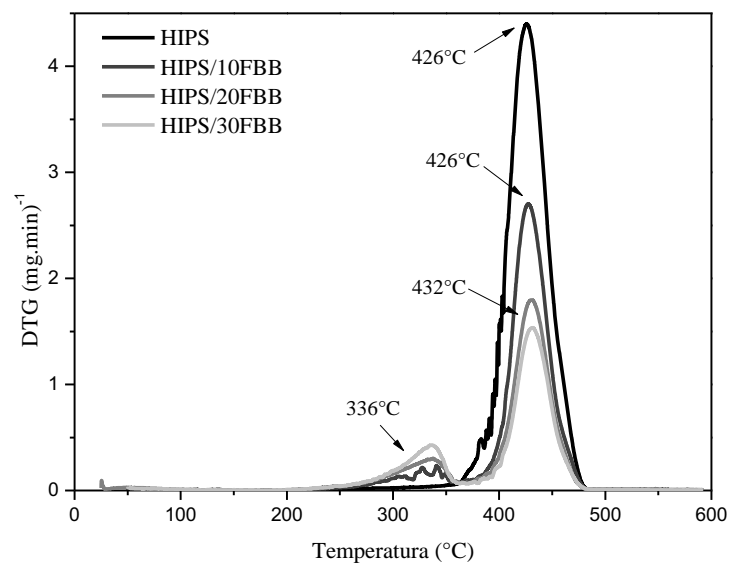
De maneira geral para todos os compósitos analisados, a estabilidade térmica diminuiu com o aumento do volume de fibras e o tratamento de branqueamento não exerceu influência significativa nas propriedades térmicas dos compósitos, quando comparado ao tratamento de mercerização.

Entre as fibras de coco e de bagaço além das temperaturas de decomposição mais altas para os compósitos com fibras de bagaço, outra diferença significativa observada

foi nos compósitos com 10% de fibra de coco que apresentaram comportamento diferente dos outros compósitos.



(a)



(b)

Figura 4.25 - Curvas de TGA (a) e DTG (b) para os compósitos HIPS/ fibras de bagaço branqueadas, sob atmosfera de N_2 .

Neste caso, o fato do compósito apresentar apenas um pico de decomposição pode estar relacionado ao baixo teor de fibra adicionado juntamente com o fato da fibra de coco ter maior teor de material amorfo, o que deslocou o pico referente à decomposição das fibras para uma temperatura mais elevada.

Tabela 4.8 - Perda de massa e temperaturas de degradação dos compósitos com fibras de bagaço de cana.

Amostra	ΔT °C	T_{pico} °C	T_{onset} °C	Perda de Massa (%)	Resíduo (%)
HIPS	300-500	426	350	99,0	0,1
HIPS/10FBM	250-375	340	250	9,6	1,3
	375-500	430	375	86,5	
HIPS/20FBM	250-375	340	250	17,3	4,2
	375-500	430	375	75,1	
HIPS/30FBM	250-375	340	250	21,3	6,5
	375-500	430	375	67,1	
HIPS/10FBB	250-375	336	250	10,12	1,2
	375-500	426	375	86,7	
HIPS/20FBB	250-375	336	250	18,6	2,9
	375-500	432	375	74,3	
HIPS/30FBB	250-375	336	250	23,6	6,9
	375-500	432	375	65,4	

4.9 FTIR dos compósitos

Os espectros obtidos na região do infravermelho para o HIPS e para os compósitos com fibras de coco e bagaço estão apresentados nas Figuras 4.26 e 4.27.

As estruturas químicas do HIPS e dos compósitos reforçados com fibras naturais foram avaliadas qualitativamente quanto à incorporação de fibras na matriz de HIPS.

Na Tabela 4.9 estão descritas algumas das principais vibrações na região do infravermelho, características da matriz de poliestireno de alto impacto.

Analisando o espectro do HIPS foi possível verificar a presença de algumas das bandas características descritas na Tabela 4.9, como: a absorção na região de 2925cm^{-1} característica da deformação axial assimétrica do grupo CH_2 , a absorção em 1495cm^{-1} referente à deformação axial das ligações $\text{C}=\text{C}$ do anel aromático e na região de 690cm^{-1} , devido à deformação do anel aromático mono substituído.

Tabela 4.9 - Principais vibrações na região do FTIR observadas no HIPS (ARAUJO, 2008).

Número de onda (cm ⁻¹)	Vibrações
2925	Deformação axial assimétrica -CH ₂ -
1601/1495	Deformação axial das ligações C=C do anel aromático
1453	Deformação axial das ligações C=C do butadieno
1028	Deformação angular no plano de ligação C-H alifático
965	Deformação angular fora do plano de compostos insaturados em configuração trans -HC=CH-
750/690	Deformação do anel aromático mono substituído

Com a adição das fibras de coco observou-se uma alteração significativa no espectro na região entre 2750 cm⁻¹ e 3250 cm⁻¹ indicando uma possível alteração na deformação axial assimétrica CH₂.

Os aumentos da porcentagem de fibras, assim como os tratamentos químicos realizados, não proporcionaram diferenças visíveis entre os espectros dos compósitos.

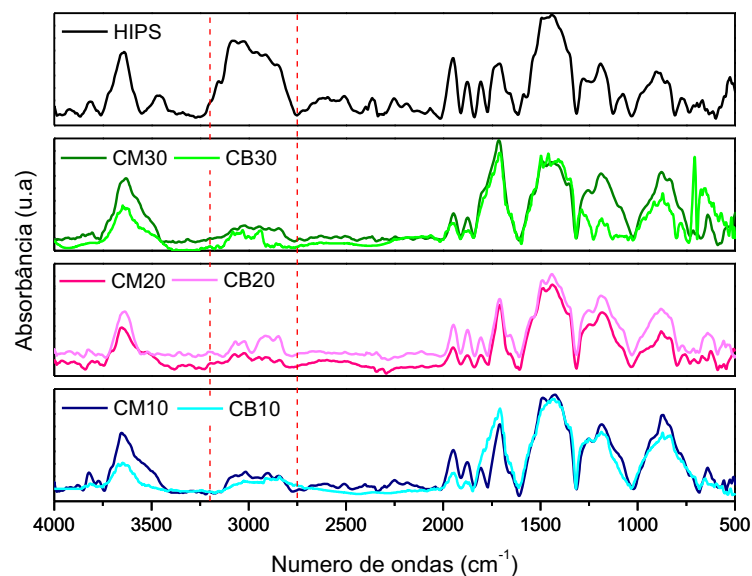


Figura 4.26 - Espectros de FTIR do HIPS e dos compósitos com fibras de coco.

Com a adição de fibras de bagaço na matriz de HIPS a mesma alteração na região próxima a 1925 cm⁻¹ foi observada, assim como o aumento na porcentagem de fibra não alterou significativamente os espectros dos compósitos.

Quanto ao efeito dos tratamentos químicos foi possível notar algumas mudanças nos espectros quando se compara os compósitos com fibras mercerizadas aos compósitos com fibras branqueadas. As alterações mais significativas foram

observadas para o compósito com 20% de fibras branqueadas, nas regiões próximas a 1191 cm^{-1} e 872 cm^{-1} , relacionadas ao estiramento assimétrico da ligação C-O-C presente na celulose e às ligações glicosídicas simétricas presente nos polissacarídeos, respectivamente.

Estas alterações podem representar também uma melhor interação das fibras de bagaço branqueada com a matriz polimérica, como foi observada na análise da superfície de fratura dos compósitos e nas propriedades de flexão dos compósitos apresentadas a seguir.

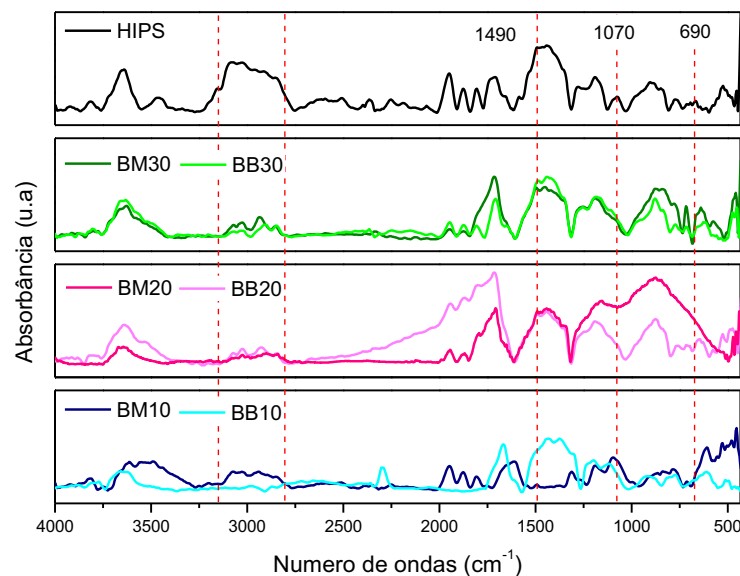


Figura 4.27 - Espectros de FTIR do HIPS e dos compósitos com fibras de bagaço.

4.10 Ensaios mecânicos dos compósitos

4.10.1 Ensaio mecânico de tração

O gráfico da Figura 4.28 apresenta a curva Tensão x Deformação para o HIPS e seus compósitos com as fibras de coco mercerizadas, de forma a ilustrar os comportamentos mecânicos dos compósitos, que foram semelhantes para todas as amostras.

Analisando as curvas foi possível observar o comportamento característico de um material plástico, apresentando deformação elástica inicial seguida por escoamento,

além de uma região de deformação plástica.

Para os compósitos com fibras branqueadas, as curvas apresentaram comportamento semelhante, indicando que a adição de fibras branqueadas não alterou o comportamento mecânico dos compósitos quando comparados aos compósitos com fibras mercerizadas.

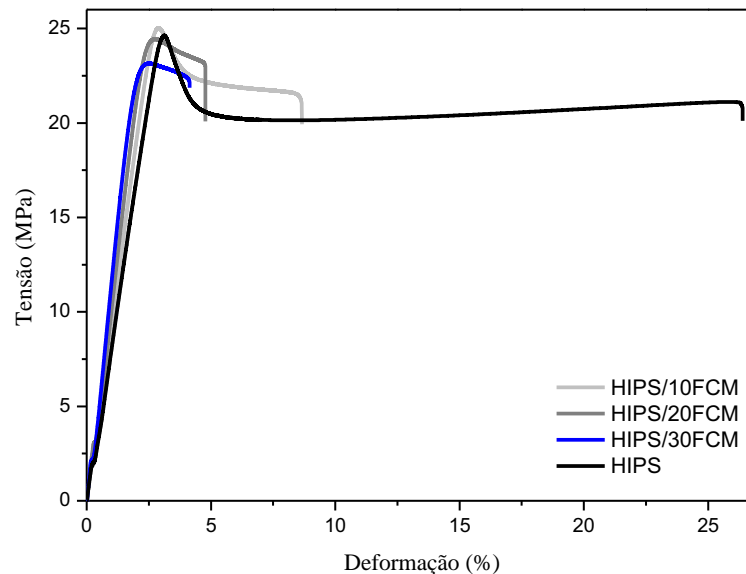


Figura 4.28 - Gráfico Tensão x Deformação para o HIPS e para os compósitos HIPS/fibra de coco verde.

A adição de fibras na matriz polimérica de HIPS praticamente não alterou a deformação do material até a tensão máxima, porém provocou uma redução em torno de 85% na deformação total do material.

Este efeito da adição de fibras pode ser observado no gráfico da Figura 4.28 e através das propriedades mecânicas do HIPS e dos compósitos com as fibras de coco e bagaço, obtidas a partir do ensaio de tração, apresentadas nas Tabelas 4.10 e 4.11, respectivamente.

Analisando os compósitos com fibras de coco observou-se que a adição de fibras na matriz de HIPS não provocou mudanças significativas nas propriedades mecânicas do compósito até a tensão máxima de resistência à tração, porém contribuiu para a redução na deformação total do material.

Com o aumento do volume de fibras foi possível observar o aumento nos valores do módulo elástico e da tensão de ruptura com uma conseqüente redução na elongação total dos compósitos.

Tabela 4.10 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras de coco.

Amostras	Propriedades Mecânicas				
	Alongamento ($\sigma_{máxima}$) (%)	Resistência à Tração (MPa)	Alongamento total (%)	$\sigma_{Ruptura}$ (MPa)	Módulo (GPa)
HIPS	3,1 \pm 0,1	24,6 \pm 0,1	26,2 \pm 8,1	20,7 \pm 0,6	3,0 \pm 0,1
HIPS/10FCM	3,1 \pm 0,3	24,5 \pm 0,6	9,4 \pm 0,7	20,8 \pm 0,1	3,2 \pm 0,2
HIPS/20FCM	2,7 \pm 0,1	24,8 \pm 0,9	5,0 \pm 0,3	23,0 \pm 0,6	4,0 \pm 0,1
HIPS/30FCM	2,7 \pm 0,1	23,7 \pm 0,3	3,8 \pm 0,2	23,0 \pm 0,5	4,7 \pm 0,2
HIPS/10FCB	2,9 \pm 0,1	23,0 \pm 0,2	9,0 \pm 1,8	18,8 \pm 0,7	3,3 \pm 0,1
HIPS/20FCB	3,0 \pm 0,4	23,2 \pm 0,4	4,1 \pm 0,4	22,0 \pm 0,3	4,0 \pm 0,3
HIPS/30FCB	2,7 \pm 0,2	23,4 \pm 0,2	3,6 \pm 0,2	22,3 \pm 0,4	4,6 \pm 0,3

Este fenômeno foi associado ao fato de que o reforço promoveu uma redução da ductilidade do material. Assim, o caráter mais frágil do compósito foi maior de acordo com o aumento do volume de fibra, fato observado também no gráfico da Figura 4.28.

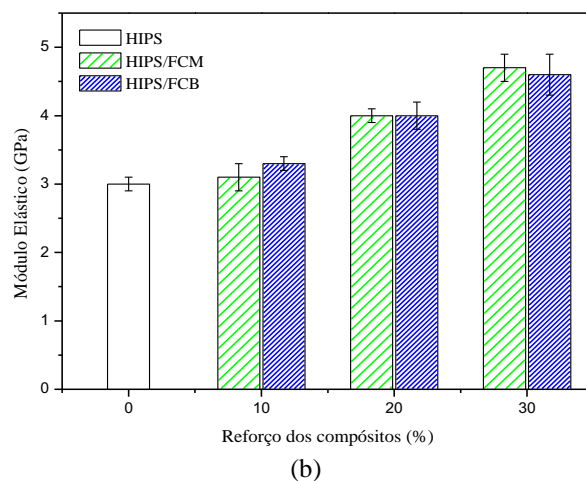
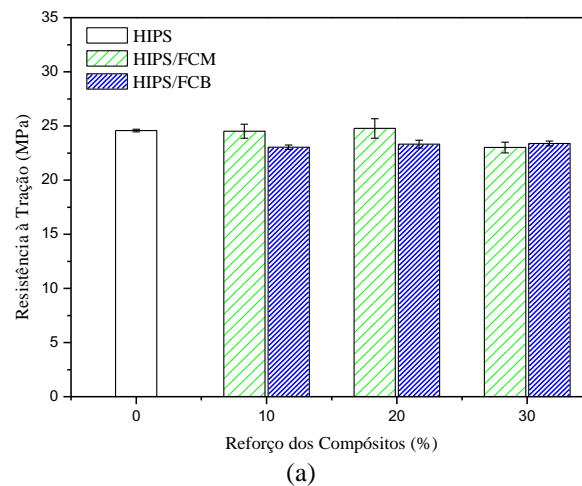


Figura 4.29 - Gráficos comparativos dos valores de resistência à tração (a) e módulo elástico (b) dos compósitos HIPS/ fibras de coco.

Comparando os compósitos reforçados com as fibras mercerizadas com aqueles reforçados com as fibras branqueadas (Figura 4.29 e Tabela 4.10), os valores de todas as propriedades levantadas com o ensaio de tração não apresentaram variações significativas.

Na Tabela 4.11, considerando os alongamentos, e o efeito do branqueamento, o mesmo comportamento dos compósitos reforçados com fibras de coco foi observado para os compósitos reforçados com as fibras de bagaço de cana.

Quanto aos valores de resistência à tração e módulo elástico, foi observado um aumento em relação ao polímero puro, sendo maior com o aumento do volume de fibras, como pode ser observado nos gráficos da Figura 4.30.

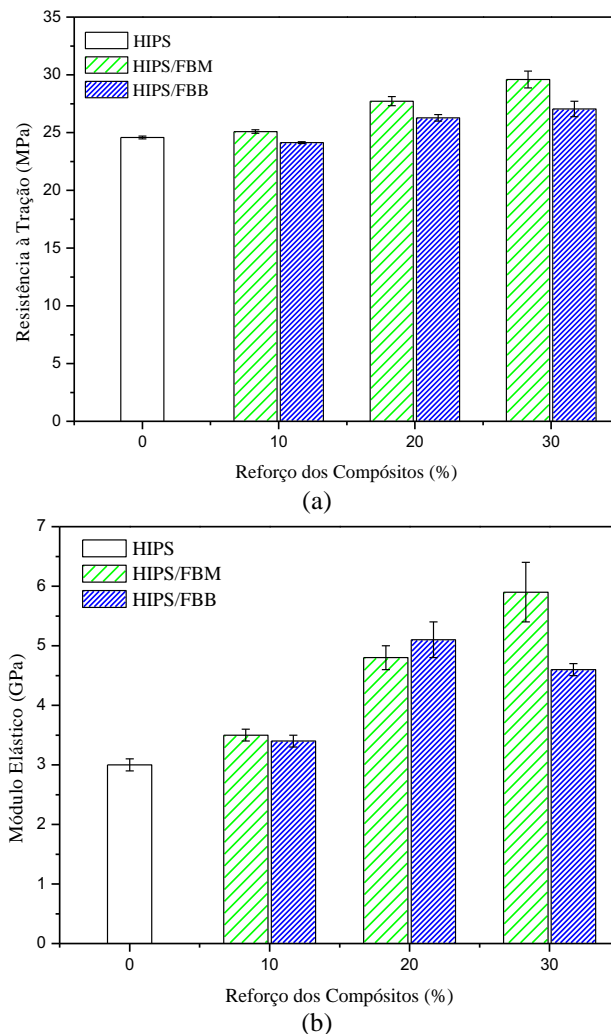


Figura 4.30 - Gráficos comparativos dos valores de resistência à tração (a) e módulo elástico (b) dos compósitos HIPS/ fibras de bagaço.

Analisando as propriedades dos compósitos com as diferentes fibras, foi possível

observar que os compósitos com fibras de bagaço de cana apresentaram maiores valores de resistência à tração e módulo elástico. Estes resultados podem estar relacionados ao maior teor de celulose presente na fibra de bagaço, bem como a morfologia do material que fez com que esta fosse mais eficiente como reforço em compósitos.

O mais importante a se destacar nos resultados do ensaio de tração é que a adição de fibras naturais na matriz polimérica embora tenha promovido a redução da ductilidade do material, proporcionou um aumento do módulo elástico sem redução da resistência à tração. Desta forma a adição de fibras pode ser viável para materiais que serão utilizados em aplicações onde a ductilidade não é primordial.

Tabela 4.11 - Propriedades mecânicas dos compósitos com fibras de bagaço.

Amostras	Propriedades Mecânicas				
	Alongamento ($\sigma_{\text{máxima}}$) (%)	Resistência à Tração (MPa)	Alongamento total (%)	σ_{Ruptura} (MPa)	Módulo (GPa)
HIPS	3,1 \pm 0,1	24,6 \pm 0,1	26,2 \pm 8,1	20,7 \pm 0,6	3,0 \pm 0,1
HIPS/10FBM	2,9 \pm 0,1	25,1 \pm 0,2	7,7 \pm 0,8	22,0 \pm 0,3	3,5 \pm 0,1
HIPS/20FBM	3,0 \pm 0,2	27,7 \pm 0,4	4,1 \pm 0,4	27,1 \pm 0,5	4,8 \pm 0,2
HIPS/30FBM	3,0 \pm 0,2	29,6 \pm 0,7	3,2 \pm 0,2	29,4 \pm 0,7	5,9 \pm 0,5
HIPS/10FBB	2,8 \pm 0,1	24,1 \pm 0,1	8,4 \pm 0,5	20,6 \pm 0,3	3,4 \pm 0,1
HIPS/20FBB	2,8 \pm 0,3	26,3 \pm 0,3	4,9 \pm 0,5	25,6 \pm 0,3	4,6 \pm 0,1
HIPS/30FBB	3,4 \pm 0,4	27,4 \pm 1,1	4,0 \pm 0,8	26,9 \pm 1,3	5,3 \pm 0,3

4.10.2 Ensaio mecânico de flexão em três pontos

Os compósitos manufaturados neste trabalho foram avaliados quanto às suas propriedades de flexão e os resultados para os compósitos com fibras de coco e bagaço estão apresentados na Tabela 4.12.

Analisando os dados obtidos foi possível verificar um aumento na resistência à flexão e principalmente no módulo elástico dos compósitos quando comparados ao HIPS, sendo que tal como observado para os ensaios em tração, o reforço mais efetivo foi o bagaço de cana.

Com a adição de 30% de fibras de coco mercerizadas no HIPS foi possível alcançar um aumento de 100% no valor do módulo elástico. Para os compósitos com

30% de fibra de bagaço branqueada, devido ao maior teor de celulose e à morfologia da fibra, este aumento chegou a quase 200%.

Tabela 4.12. Propriedades mecânicas em flexão dos compósitos com fibras de coco e bagaço.

Amostras	Propriedades	
	Resistência à Flexão (MPa)	Módulo em Flexão (GPa)
HIPS	42,0 ±0,1	1,74 ±0,05
HIPS/10FCM	41,3 ±2,6	2,35 ±0,04
HIPS/20FCM	42,8 ±2,9	2,65 ±0,06
HIPS/30FCM	47,6 ±1,2	3,38 ±0,01
HIPS/10CB	42,5 ±0,7	2,35 ±0,03
HIPS/20FCB	44,6 ±0,5	2,85 ±0,07
HIPS/30FCB	42,0 ±0,9	3,24 ±0,06
HIPS/10FBM	43,3 ±0,8	2,60 ±0,2
HIPS/20FBM	55,7 ±0,8	4,22 ±0,06
HIPS/30FBM	49,9 ±0,5	3,80 ±0,05
HIPS/10FBB	51,9 ±1,0	4,16 ±0,02
HIPS/20FBB	56,5 ±0,7	4,24 ±0,05
HIPS/30FBB	57,8 ±1,3	5,06 ±0,03

O módulo elástico quantifica a rigidez do material, assim quanto maior o módulo maior será o esforço que deverá ser aplicado para deformar o material.

Em aplicações onde a rigidez é mais importante que a ductilidade a adição de fibras na matriz de HIPS torna-se extremamente viável uma vez que com a economia de polímero e redução de custo é possível aumentar o módulo sem perder a resistência à flexão.

Durante o ensaio de flexão o material sofreu fratura por tração, ou seja, a falha se iniciou na região tracionada levando em alguns casos o corpo de prova à ruptura. O detalhe da fratura e das regiões tracionada e comprimida do material está representado na imagem da Figura 4.31.



Figura 4.31 - Corpo de prova após ensaio de flexão. Destaque para as regiões comprimida e tracionada.

A quantidade e o tipo de fibras adicionadas à matriz influenciaram o comportamento em flexão dos compósitos como observado nos gráficos das Figuras 4.32 a 4.35.

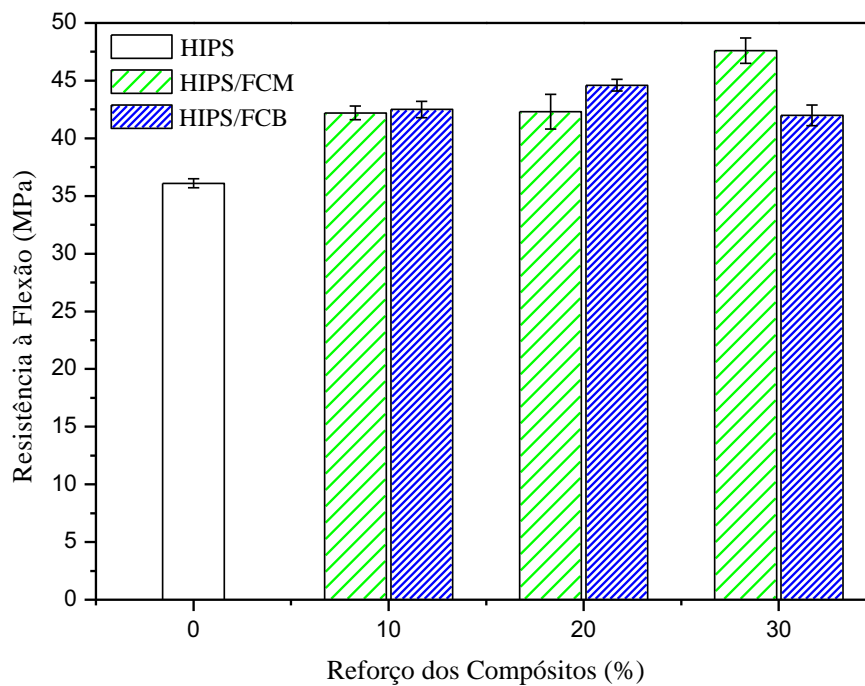


Figura 4.32 - Resistência à flexão dos compósitos de HIPS com fibras de coco.

Os valores de resistência à flexão dos compósitos com fibras de coco mercerizadas aumentaram de acordo com o aumento do volume de fibras, indicando neste caso que as fibras atuaram como agente de reforço aumentando as propriedades de flexão dos compósitos. No entanto com a adição de 30% fibras de coco branqueadas ocorreu uma redução na resistência à flexão quando comparado ao compósito com fibra mercerizada.

Redução explicada com base no efeito do branqueamento sobre as fibras de coco que provocou a diminuição do comprimento das fibras, como foi observado na análise de microscopia óptica da superfície dos compósitos. Como o volume de fibras neste compósito é maior, elas passaram a atuar como concentradores de tensão ao invés de agirem como agente de reforço.

Segundo Silva (2003) nos compósitos com fibras curtas as extremidades das fibras podem atuar como pontos de concentração de tensão e assim funcionarem como regiões de início de trincas.

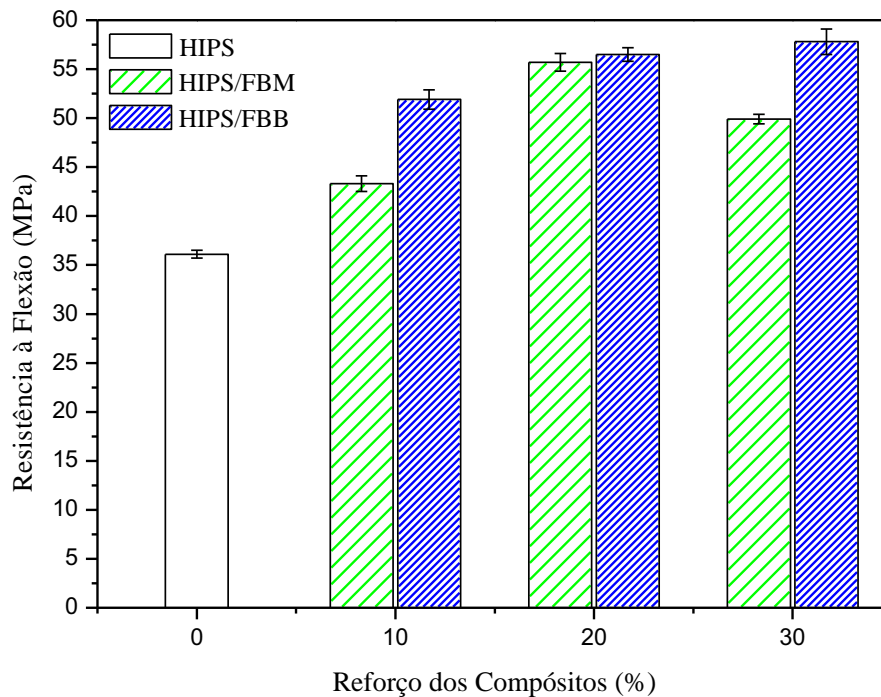


Figura 4.33 - Resistência à flexão dos compósitos de HIPS com fibras de bagaço.

Nos compósitos com fibras de bagaço de cana de açúcar a redução na resistência ocorreu para aqueles reforçados com 30% de fibra de bagaço mercerizada, o que está mais uma vez em acordo com as análises por microscopia óptica, as quais mostraram que para as fibras de bagaço, as fibras mercerizadas apresentaram diâmetros menores que as branqueadas.

Outro fato que explica esta redução da resistência à flexão é a orientação das fibras na região tracionada do corpo de prova.

No ensaio de flexão a trinca sempre se inicia na região tracionada do corpo de prova e se propaga para o lado compressivo, assim as fibras que efetivamente atuam

no reforço do compósito são as localizadas do lado tracionado e orientadas na direção da tensão aplicada. As fibras com orientação perpendicular a esta, atuam diminuindo a resistência mecânica do compósito e, neste caso, a resistência a flexão é dominada pela resistência a flexão da matriz e não do reforço (SILVA, 2003).

O módulo em flexão nos compósitos depende do tipo de ligação química entre a superfície da fibra e a matriz (AZIZ; ANSELL, 2004). Contudo, os gráficos das Figuras 4.34 e 4.35 mostram que o efeito do tratamento químico no valor do módulo depende do tipo de fibra natural utilizada como reforço.

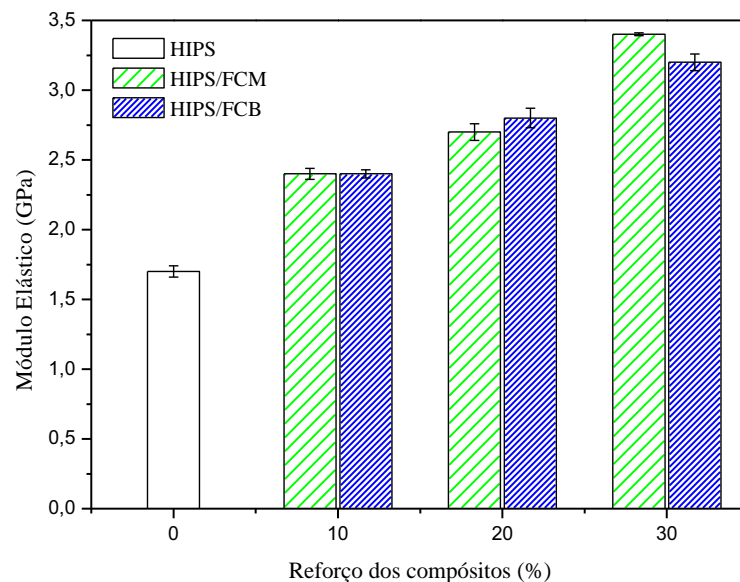


Figura 4.34 - Módulo Elástico em flexão dos compósitos de HIPS com fibras de coco.

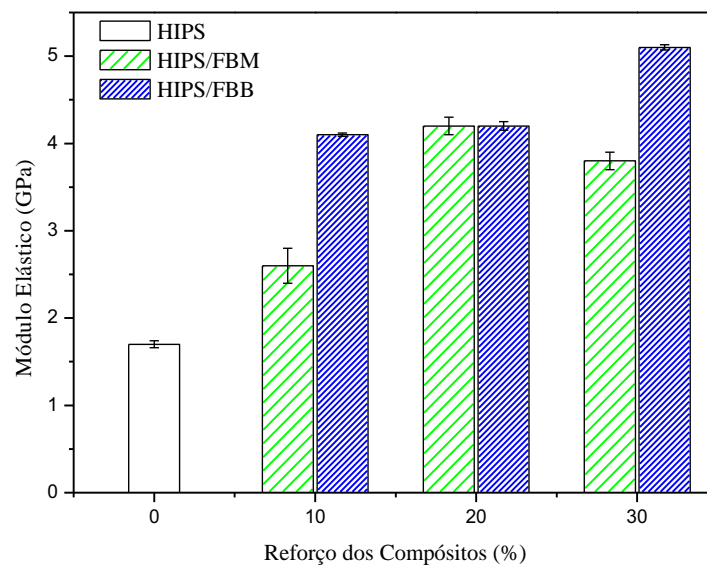


Figura 4.35 - Módulo Elástico em flexão dos compósitos de HIPS com fibras de bagaço.

Nos compósitos com fibras de coco, o branqueamento não foi capaz que melhorar o módulo em relação aos compósitos com fibras apenas mercerizadas, provocando até uma redução para os compósitos com 30% de fibra.

Por outro lado, o tratamento das fibras de bagaço por branqueamento ajudou a melhorar a interação química entre fibra e matriz provocando um aumento no valor do módulo, principalmente nos compósitos com 10 e 30% de fibras.

4.11 Análise fractográfica dos compósitos

Na análise fractográfica da superfície de fratura dos compósitos ensaiados por tração foi possível verificar a influência do tratamento químico na adesão fibra/matriz.

Nas Figuras 4.36 e 4.37 são apresentadas as micrografias dos compósitos com fibras de coco e de bagaço.

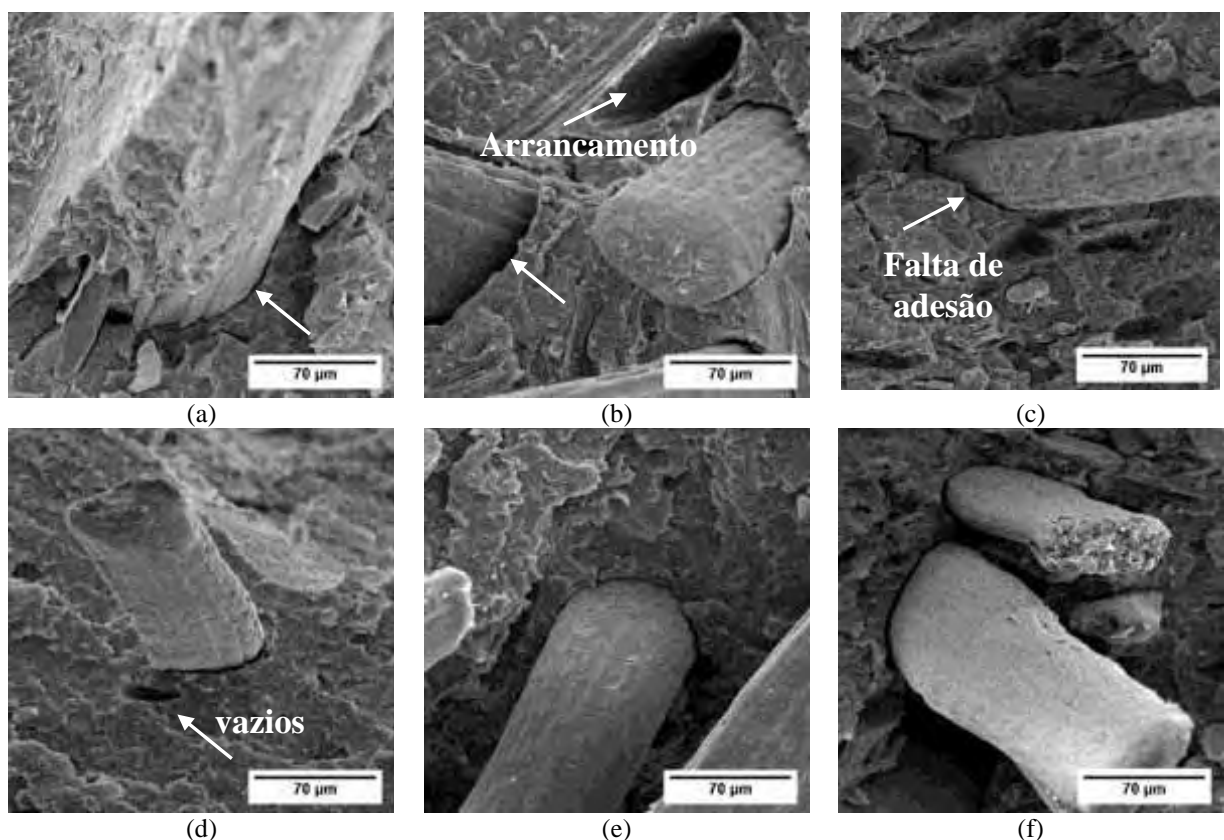


Figura 4.36 - MEV dos compósitos de HIPS reforçados com: (a) 10%FCM, (b) 20%FCM , (c) 30%FCM, (d) 10%FCB, (e) 20%FCB, (f) 30%FCB. Ampliação 500x.

Nas micrografias dos compósitos com fibras de coco mercerizadas e branqueadas, foi possível observar a presença de alguns defeitos como arrancamento, vazios e falta de adesão fibra/matriz.

Comportamento semelhante aos dos compósitos com fibras de coco foi encontrado para os compósitos com fibras de bagaço de cana. Porém, a ocorrência de arrancamento foi menor e a adesão fibra/matriz maior, justificando assim a maior resistência à tração e o maior módulo em flexão destes compósitos.

As superfícies das fibras de bagaço também apresentaram uma rugosidade mais elevada que as das fibras de coco, devido ao processo de microfibrilação, favorecendo a ancoragem mecânica das fibras de bagaço na matriz de HIPS.

De maneira geral foi possível verificar que os tratamentos químicos não promoveram uma modificação superficial suficiente a ponto de proporcionarem uma adesão fibra/matriz satisfatória para ambos os reforços.

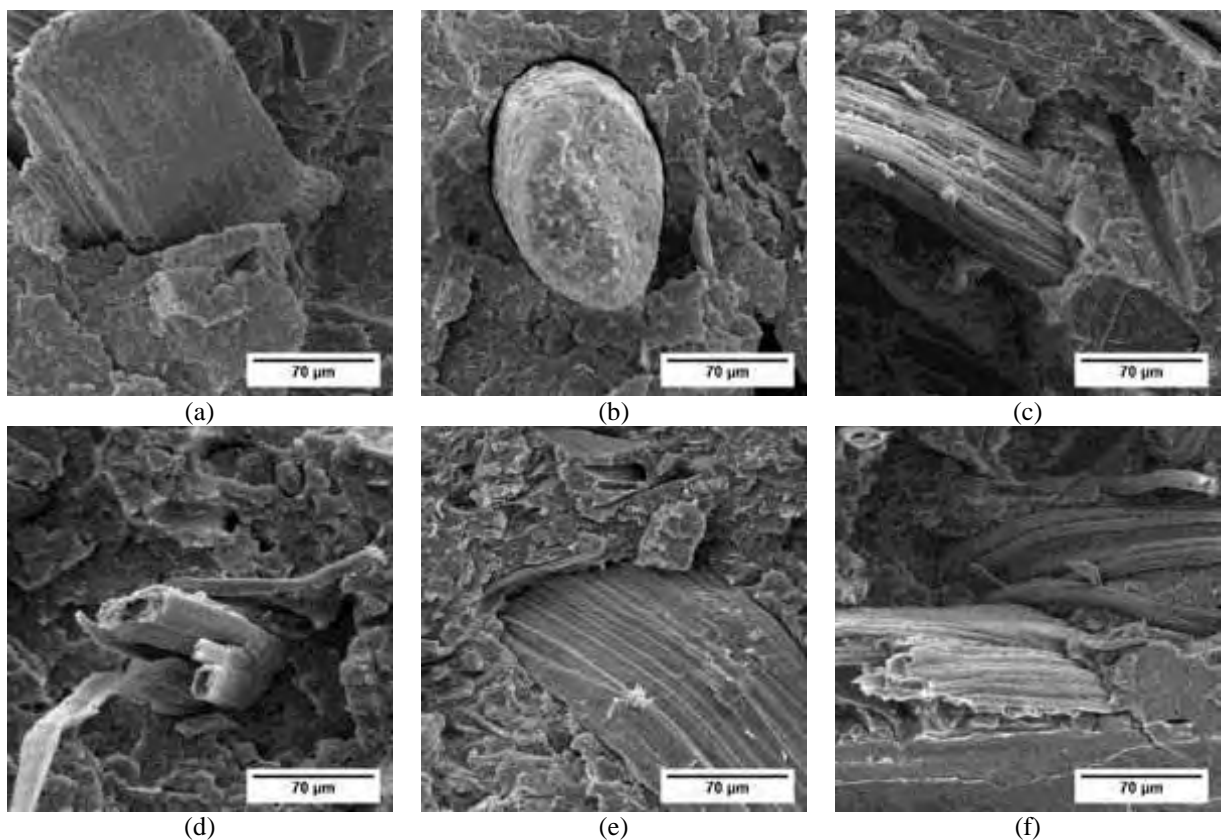


Figura 4.37 - MEV dos compósitos de HIPS reforçados com: (a) 10%FBM, (b) 20%FBM, (c) 30%FBM, (d) 10%FBB, (e) 20%FBB, (f) 30%FBB. Ampliação 500x.

Contudo, na análise de MEV e de composição química das fibras verificou-se

que o tratamento de mercerização removeu parte do material amorfo das fibras, e que o branqueamento além de remover em especial a lignina residual das fibras de coco, provocou um aumento na rugosidade superficial das fibras de coco e um início do processo de microfibrilação das fibras de bagaço.

Nas micrografias da superfície de fratura do HIPS sem reforço, (Figura 4.38 (a)) podem ser observadas regiões distintas onde se iniciou a fratura: uma região rugosa e outra de aspecto liso, responsável pela ruptura final. Nas imagens da Figura 4.38 (b) e (c) estão apresentadas as imagens ampliadas, das regiões rugosa e lisa, respectivamente.

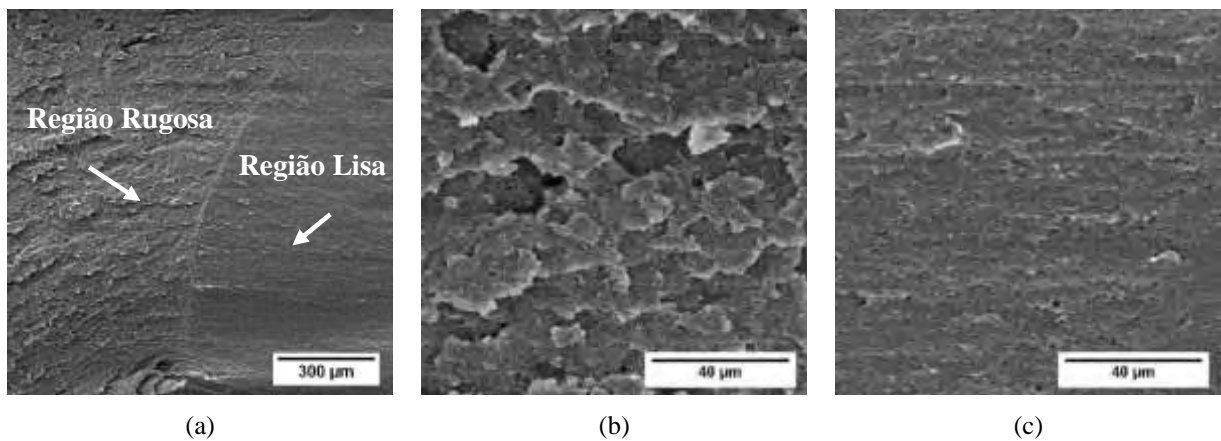


Figura 4.38 - MEV da superfície de fratura do HIPS: (a) 100x, (b) e (c) 1000x.

4.12 Exposição ao Intemperismo Acelerado

No ensaio de intemperismo acelerado, os corpos de prova do HIPS e dos compósitos com fibras mercerizadas foram expostos à ciclos de radiação UV-B e vapor de água durante 900 horas em uma câmara de intemperismo acelerado.

Após as 900 horas de exposição, os corpos de prova foram avaliados mecanicamente por ensaio de tração com o objetivo de verificar a influência da exposição nas propriedades mecânicas dos materiais.

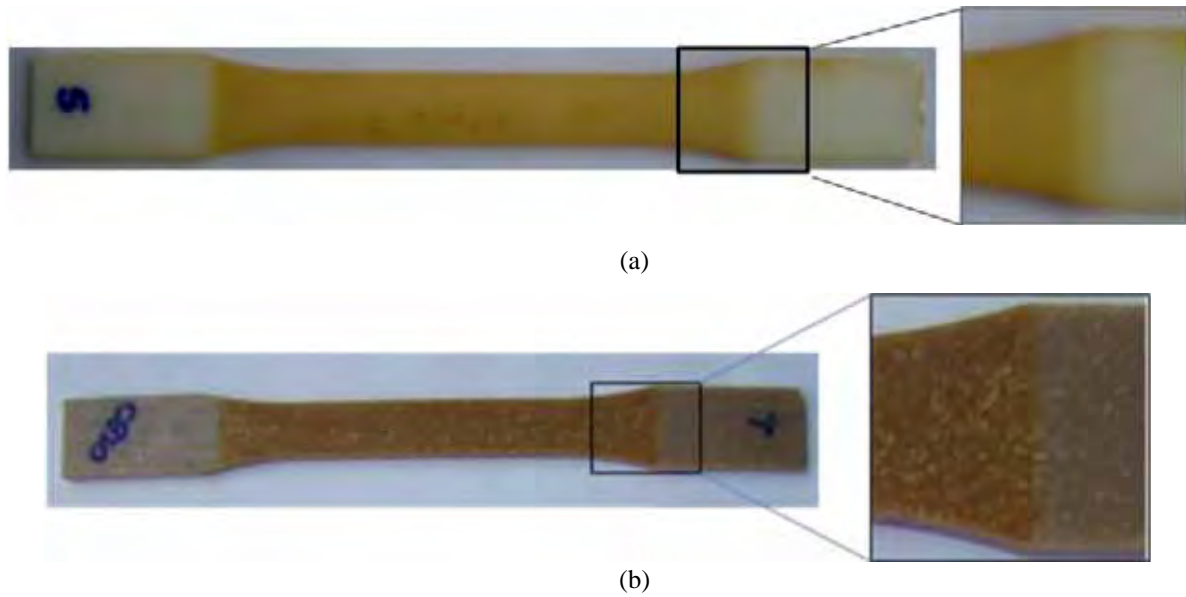


Figura 4.39 - Corpos de prova de tração após a exposição ao intemperismo acelerado: (a) HIPS e (b) HIPS/FCB.

O ensaio de intemperismo provocou mudanças significativas na coloração do material, tanto dos compósitos quanto do polímero puro, indicando assim que a exposição ao intemperismo provocou a degradação da matriz polimérica.

Essa alteração de coloração, observada nas imagens da Figura 4.39, ocorreu principalmente devido à formação de quinonas do anel aromático do vinil benzeno, presente no poliestireno, e da lignina sob luz ultravioleta.

Os resultados do limite de resistência à tração e do módulo elástico dos materiais, antes e após o intemperismo, estão ilustrados nos gráficos das Figuras 4.40 e 4.41.

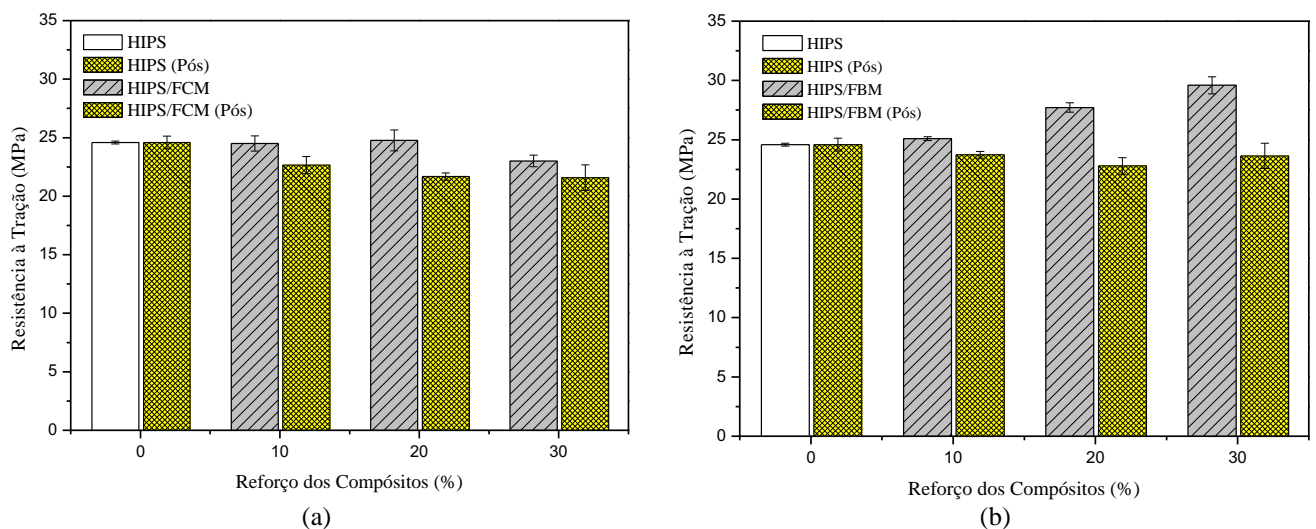


Figura 4.40 - Gráficos comparativos dos valores de resistência à tração dos compósitos com fibras de (a) coco mercerizadas e (b) bagaço mercerizadas, antes e após o intemperismo.

Algumas das principais modificações que um material degradado pela radiação UV pode sofrer são: o amarelecimento, as modificações no aspecto superficial do material e a redução das propriedades mecânicas e de outras propriedades gerais (CAMARGO, 2006).

No caso do material analisado neste trabalho, a exposição ao intemperismo provocou mudança de coloração, porém não provocou mudanças na resistência à tração do HIPS. Por outro lado diminuiu os valores de resistência dos compósitos com fibras de coco e de bagaço.

O aumento no volume de fibras não provocou diferenças significativas quanto à resistência à tração.

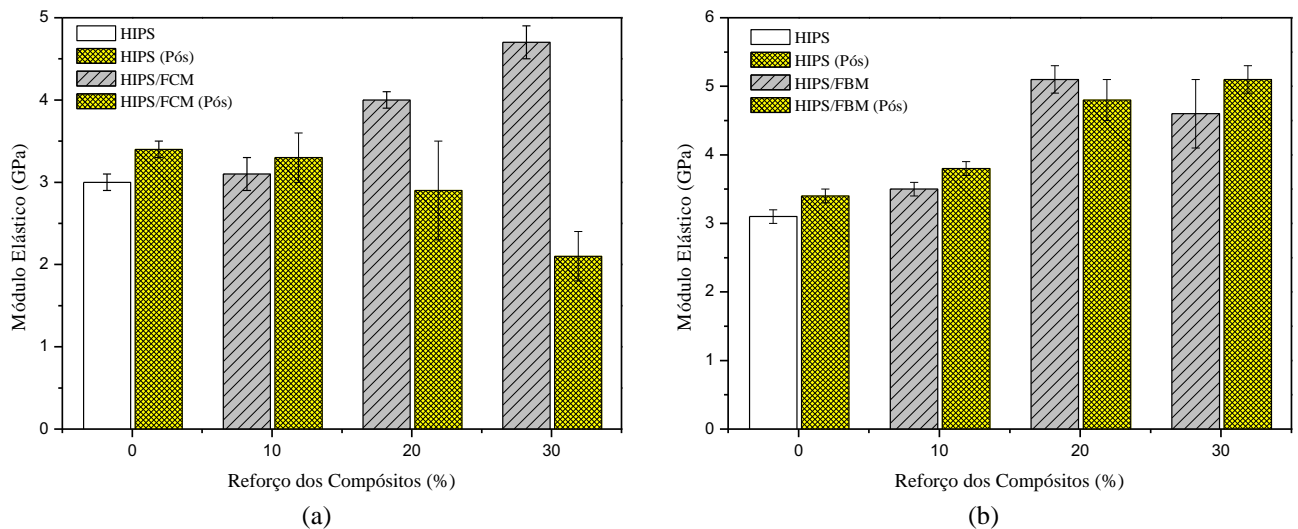


Figura 4.41 - Gráficos comparativos dos valores de módulo elástico em tração dos compósitos com fibras de (a) coco mercerizadas e (b) bagaço mercerizadas, antes e após o intemperismo.

Quanto aos valores do módulo elástico foi possível observar que, para a matriz de HIPS, o módulo aumentou, porém com a adição de fibras de coco houve uma redução que variou de acordo com o volume de fibras adicionadas, sendo que com a adição de 30% de reforço o módulo do compósito após o intemperismo reduziu drasticamente.

Para os compósitos reforçados com as fibras de bagaço de cana, a influência do intemperismo acelerado sobre o módulo elástico dos materiais foi menos severa, indicando que a fibra de bagaço possui maior resistência ao intemperismo quando comparadas às fibras de coco, visto que possui maior quantidade de celulose e menor

quantidade de lignina.

A celulose, devido à sua estrutura cristalina é completamente insolúvel em água, por outro lado a lignina com estrutura amorfa é mais susceptível a absorção de água e de radiação UV o que provoca reações de degradação do material (SILVA et al., 2009).

Desta forma ficou evidente que a exposição do material à umidade e radiação UV-B afetou mais a fibra natural do que a matriz polimérica.

O aumento no módulo elástico da matriz polimérica pode ter sido causado pelo início de um processo de reticulação que ocorre com alguns termoplásticos quando os mesmos são submetidos a determinados processos de degradação.

A reticulação que ocorre devido à formação de ligações cruzadas entre as cadeias poliméricas acontece normalmente como consequência ao ataque pelo oxigênio, a termoxidação.

Para afirmar com certeza a ocorrência do processo de reticulação do HIPS seria necessária a realização de algumas caracterizações que quantificassem o teor de ligações cruzadas da matriz antes e após a exposição ao intemperismo.

4.13 Comparação entre os compósitos de fibra natural e o compósito de poliéster/fibra de vidro

Visando uma possível aplicação do material desenvolvido neste trabalho, na fabricação de luminárias específicas para ambientes frigoríficos, foi realizada a caracterização do compósito poliéster/fibra de vidro atualmente utilizado na fabricação destas luminárias.

O compósito poliéster fibra de vidro foi analisado quanto as suas propriedades mecânicas e térmicas.

As imagens dos corpos de prova do compósito poliéster/fibras de vidro retirados de uma luminária fornecida pela empresa *Fibrel Luminárias Anticorrosivas* estão na Figura 4.42.



Figura 4.42 - Corpos de prova de tração segundo AST D3039 do compósito poliéster/fibra de vidro.

No estudo da decomposição térmica do compósito poliéster/fibra de vidro, apresentado pela curva de TGA da Figura 4.43, foi possível observar que a degradação do material ocorreu em apenas uma etapa, apresentando um pico de degradação entre o intervalo de temperatura de 300°C e 500°C.

A estabilidade térmica deste compósito ocorreu em temperaturas muito próximas às dos compósitos de HIPS com fibra natural, desta forma do ponto de vista das propriedades térmicas a substituição de um compósito pelo outro pode ser considerada viável.

A massa residual no final do processo de decomposição ficou em torno de 40%, o que pode ser um indicativo da quantidade de fibra utilizada para reforçar o poliéster, uma vez que esta informação não foi fornecida pela empresa que doou a luminária.

Esta elevada quantidade de resíduos gerados após a queima do material é uma das desvantagens ao compará-lo com o compósito de fibra natural desenvolvido neste trabalho, onde o percentual de resíduo no final da degradação (a 600°C) foi de 8,5% para o compósito HIPS/30FCM e de 6,5% para o HIPS/30FBM.

A baixa quantidade de resíduos gerado na queima de compósitos com fibras naturais torna este material uma interessante alternativa para uso em aplicações as quais o descarte de material é elevado, ou seja, para o uso em componentes que em pouco tempo de uso são descartados.

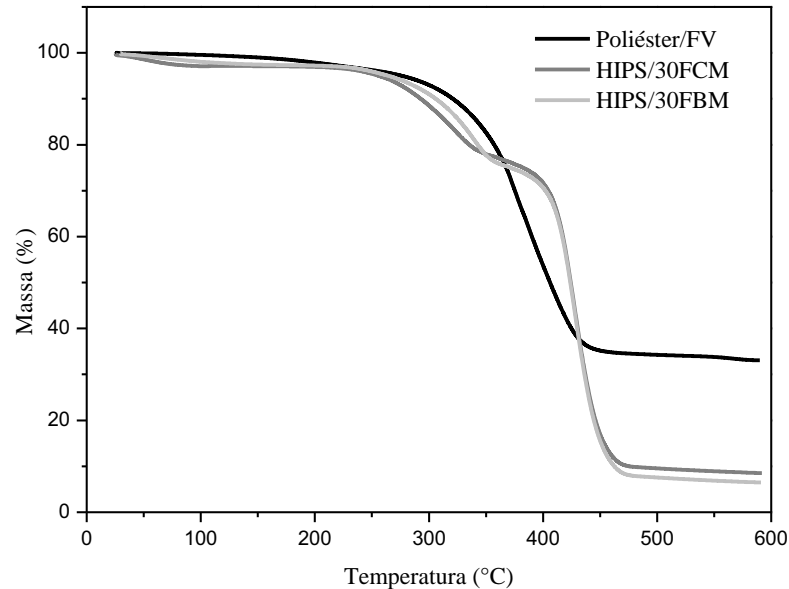


Figura 4.43 - Perda de Massa e Picos de degradação do composto poliéster/fibra de vidro.

Embalagens de cosméticos são um exemplo deste tipo de produtos que são utilizados em um intervalo de tempo curto, e que no final do uso são descartados e se tornam um problema ambiental.

As propriedades mecânicas dos compósitos reforçados com fibras naturais que obtiveram o maior módulo elástico, assim como do HIPS e do compósito poliéster/fibra de vidro, estão descritas na Tabela 4.13.

Embora o compósito de poliéster tenha apresentado propriedades mecânicas superiores às dos compósitos reforçados com fibras naturais, é importante salientar que o custo de obtenção das fibras naturais é menor quando comparado ao custo das fibras de vidro. Além do mais, as fibras naturais apresentam biodegradabilidade, que pode ser comprovada pelo baixo nível de resíduos após a queima do material.

Tabela 4.13 - Comparação entre as propriedades mecânicas dos compósitos com fibras naturais e sintéticas.

Amostras	Propriedades Mecânicas		
	Alongamento (%)	Resistência à Tração (MPa)	Módulo Elástico (GPa)
HIPS/30FCM	2,7 ±0,1	23,7 ±0,3	4,7 ±0,2
HIPS/30FBM	3,0 ±0,2	29,6 ±0,7	5,9 ±0,5
Poliéster/FV	1,4 ±0,1	79,6 ±15,4	10,0 ±1,1
HIPS	3,1 ±0,1	24,6 ±0,1	3,0 ±0,1

Para a fabricação de luminárias, como as mesmas não sofrem grandes esforços

mecânicos, o uso do compósito desenvolvido deste trabalho é uma alternativa que pode ser considerada, desde que sejam realizadas outras análises que comprovem a eficiência deste material para esta aplicação específica.

5 CONCLUSÃO

Com a análise dos resultados obtidos neste trabalho foi possível avaliar o efeito dos tratamentos químicos de mercerização e branqueamento sobre as propriedades das fibras de coco e de bagaço de cana, assim como sobre as propriedades dos compósitos de HIPS reforçados com essas fibras.

Quanto à caracterização das fibras foi possível chegar às seguintes conclusões:

- os tratamentos químicos provocaram alteração na coloração, na composição química e na estabilidade térmica das fibras, removendo impurezas e constituintes amorfos como lignina e hemicelulose;
- o branqueamento foi mais eficiente na remoção da lignina residual, principalmente das fibras de coco, porém pouco influenciou nas propriedades térmicas do material.
- os resultados de FTIR não apresentam diferenças significativas entre as fibras branqueadas e mercerizadas;

Quanto à caracterização e obtenção dos compósitos as principais conclusões foram:

- o processo de obtenção utilizado na fabricação dos compósitos foi adequado, de forma que foi possível obter materiais homogêneos e com bom aspecto visual.
- o uso da moldagem por injeção foi interessante, pois tornou o processo rápido e reprodutível fazendo com que seja perfeitamente viável o uso deste material em escala industrial;
- com a adição de fibras naturais no HIPS obteve-se um material com até 30% menos polímero e com propriedades térmicas e mecânicas viáveis para determinadas aplicações do HIPS, em que o custo e o módulo elástico são mais importantes que a ductilidade.
- a adição de 30% fibras de bagaço de cana mercerizadas proporcionou o maior aumento no módulo elástico (93%) e na resistência à tração quando comparado ao HIPS puro;

- por outro lado, a adição de fibras na matriz polimérica diminuiu em até 120°C a estabilidade térmica do HIPS restringindo o uso do compósito para aplicações até este limite de temperatura.
- a exposição ao intemperismo durante 900 h promoveu a degradação dos compósitos, afetando mais efetivamente as fibras do que a matriz polimérica;
- a comparação entre os compósitos manufacturados e o compósito poliéster /fibra de vidro mostrou ser possível a utilização dos compósitos com fibras naturais para a fabricação de luminárias anticorrosivas, desde que o mesmo seja melhor avaliado quanto às outras propriedades específicas desta aplicação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AKRAM, T.; MEMON, S. A.; OBAID, H. Production of low cost self compacting concrete using bagasse ash. **Construction and Building Materials**, 2008 *in press*.

ALVES, C.; FERRÃO, P. M. C.; SILVA, A. J.; REIS, L. G.; FREITAS, M.; RODRIGUES, L. B.; ALVES, D. E. Ecodesign of automotive components making use of natural jute fiber composites. **Journal of Cleaner Production**, v.18, p.313-327, 2010.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 638**: Standard test method for tensile properties of plastics. United States, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 790**: Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials. United States, 2010.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 3039**: Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials. United States, 2006.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 2550**: Standard test method for thermal stability by thermogravimetry . United States, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G 154**: Standard practice for operating fluorescent light apparatus for uv exposure of nonmetallic materials. United States, 2006.

ANTICH, P.; VÁZQUEZ, A.; MONDRAGON, I.; BERNAL, C. Mechanical behavior of high impact polystyrene reinforced with short sisal fibers. **Composites : Part A**, v.37, p139-150, 2006.

ARAÚJO, J. R.; MANA, B.; TEIXEIRA, G. M.; SPINACÉ, M. A. S.; DE PAOLI, M-A. Biomicrofibrilar composites of high density polyethylene reinforced with curauá fibers: Mechanical, interfacial and morphological properties. **Composites Science and Technology**, v.70, p. 1637-1644, 2010.

AZIZ, S. H.; ANSELL, M. P. The effect of alkalization and fibre alignment on the mechanical and thermal properties of kenaf and hemp bast fibre composites: Part 1 - polyester resin matrix. **Composites Science and Technology**, v.64, p. 1219-1230, 2004.

BAR, M. **Estudo da fotooxidação de nanocompósitos PP/Bentonita**, 2008.94f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Setor de ciências Agrárias e Tecnologia, Universidade estadual de Ponta Grossa, Paraná, 2008.

BARBOSA JR, V.; RAMIRES, E. C.; RAZERA, I. A. T.; FROLLINI, E. Biobased composites from tannin–phenolic polymers reinforced with coir fibers. **Industrial Crops and Products**, In press, 2010.

BESSADOK, A.; ROUDESLI, S.; MARAIS, S.; FOLLAIN, N.; LEBRUN, L. Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties. **Composites: Part A**, v. 40, p.184-195, 2009.

BISMARCK, A.; MOHANTY, A. K.; ARANBERRI-ASKARGORTA, I.; CZAPLA, S.; MISRA, M.; HINRICHSEN, G.; SPRINGER, J. Surface characterization of natural fibers: surface properties and the water up-take behavior of modified sisal and coir fibers. **Green Chemistry**, v.3, p.100-107, 2001.

BLEDZKI, A. K.; MAMUN, A. A.; VOLK, J. Barley husk and coconut shell reinforced polypropylene composites: The effect of fibre physical, chemical and surface properties. **Composites Science and Technology**, v. 70, p. 840–846, 2010.

BRAHMAKUMAR, M.; PAVITHRAN, C.; PILLAI, R. M. Coconut fibre reinforced polyethylene composites: effect of natural waxy surface layer of the fibre on fibre/matrix interfacial bonding and strength of composites. **Composites Science and Technology**, v. 65, p.563–569, 2005.

BRÍGIDA, A. I. S.; CALADO, V. M. A.; GONÇALVES, L. R. B.; COELHO, M. A. Z. Effect of chemical treatments on properties of green coconut fiber. **Carbohydrate Polymers**, v.79, p.832-838, 2010.

BORRELLY, D. F. **Estudo comparativo da degradação de poliestireno e de poliestireno de alto impacto por envelhecimentos natural e artificial**. 2002. 108 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.

CALLISTER, W. D. JR.; SOARES, S. M. S.; MIRANDA, P. E. V. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. Rio de Janeiro: LTC, p. 589, 2006.

CAMARGO, A. S. **Compósitos de Polipropileno reforçado com farinha da madeira para aplicações em produtos moldados por injeção**. 2006, 105 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade São Francisco, Itatiba, São Paulo, 2006.

CANEVAROLO, S. V. **Técnica de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber Editora, p.209-229, 2004.

CASTRO, D. O. **Biocompósitos a partir de Biopolietileno de alta densidade reforçados por fibras de curauá**. 2010. 108 f. Dissertação (Mestrado em Físico

Química) - Instituto de Química de São Paulo, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

COMEAU, G.; FREDERICTON, N. B. A petition concerning options to the long and deeply entrenched practice of flax straw burning on the canadian prairies, In press, 2006.

COSTA, M. P. M. **Estudo da tenacificação do poliestireno com elastômeros butadiênicos**. 2009. 127 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

DIETER, G. R. **Metalurgia Mecânica**. Rio de Janeiro, RJ: Editora Guanabara Koogan S. A., 1981.

ELANTHIKKAL, S.; GOPALAKRISHNAPANICKER, U.; VARGHESE, S.; GUTHRIE, J. T. Cellulose microfibrils produced from banana plant waste: isolation and characterization. **Carbohydrate Polymers**, v.80, p.852-859, 2010.

EMBRAPA - AGROINDUSTRIAL. 2010. Disponível em: <www.embrapa.br> Acessado em: 29 de julho, 2010.

ESMERALDO, M. A. Preparação de novos compósitos suportados em matriz de fibra vegetal/natural. 2006, 119f. Dissertação (Mestrado em Química Inorgânica) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2006.

FACCA, A. G.; KORTSCHOT, M. T.; YAN, N. Predicting the tensile strength of natural fibre reinforced thermoplastics. **Composites Science and Technology**, v.67, p. 2454-2466, 2007.

FENGEL, D.; WEGENER, G. **Wood – Chemistry, Ultrastructure, Reactions**. New York: Walter de Gruyter, p.188, 1989.

FINKLER, M. Desenvolvimento de compósitos com base de rejeito em tecidos de algodão e acrílico em matriz de polietileno de alta densidade. 2005. 127 f. Dissertação (Mestrado em Materiais) - Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2005.

GANESAN, K.; RAJAGOPAL, K.; THANGAVEL, A. K. Evaluation of bagasse ash as supplementary cementitious material. **Cement & Concrete Composites**, v.29, p.515–524, 2007.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaio dos Materiais**. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2000.

GEORGOPOULOS, S.; ARANTILI, P. A.; AVGERINOS, E.; ANDREOPOULOS, A. G.; KOUKIOS, E. G. Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues. **Polymer Degradation and Stability**, v.90, p. 303-312, 2005.

GOMES, A.; MATSUO, T.; GODA, K.; OHGI, J. Development and effect of alkali treatment on tensile properties of curaua fiber green composites. **Composites: Part A**, v.38, p.1811-1820, 2007.

GOMEZ, A.; GÁLVEZ, L. DE LA OSA, O. Sugarcane Bagasse: Utilization for Production of Composites In: LEÃO, A. L., CARVALHO, F. X., FROLLINI, E. **Lignocellulosic- Plastics Composites**. São Paulo, p. 281-324, 1997.

GOUVEIA, E. R.; NASCIMENTO, R. T.; SOUTO-MAIOR, A. M.; ROCHA, G. J. M. Validação de metodologia para a caracterização química de bagaço de cana-de-açúcar. **Química Nova**, v.32, p.1500-1503, 2009.

GUIMARÃES, J. L.; WYPYCH, F.; SAUL, C. K.; RAMOS, L. P.; SATYANARAYANA, K.G. Studies of the processing and characterization of corn starch and its composites with banana and sugarcane fibers from Brazil. **Carbohydrate Polymers**, v.80, p.130–138, 2010.

GUIMARÃES, J. L.; FROLLINI, E.; SILVA, C. G.; WYPYCH, F.; SATYANARAYANA, K. G. Characterization of banana, sugarcane bagasse and sponge gourd fibers of Brazil. **Industrial Crops and Products**, v.30, p.407–415, 2009.

GURGEL, L. V. A.; FREITAS, R. P.; GIL L. F. Adsorption of Cu(II), Cd(II), and Pb(II) from aqueous single metal solutions by sugarcane bagasse and mercerized sugarcane bagasse chemically modified with succinic anhydride. **Carbohydrate Polymers**, v.74, p.922-929, 2008.

HABIBI, Y.; EL-ZAWAWY, W. K.; IBRAHIM, M. M.; DUFRESNE, A. Processing and characterization of reinforced polyethylene composites made with lignocellulosic fibres from Egyptian agro-industrial residues. **Composites Science and Technology**, v.68, p. 1877-1885, 2008.

HARISH, S.; MICHAEL, D. P.; BENSELY, A.; MOHAN LAL, D.; RAJADURAI, A. Mechanical property evaluation of natural fiber coir composite. **Materials Characterization**, v.60, p.44-49, 2009.

ISLAM, N.; RAHMAN, R.; HAQUE, M.; HUQUE, M. Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites. **Composites: Part A**, v. 4, P.192-198, 2010.

JOHN, M. J.; THOMAS, S. Biofibres and biocomposites. **Carbohydrate Polymers**, v.71, p.343-364, 2008.

KHALID, M.; RATNAM, C.T.; CHUACH, T.G.; ALI, S.; CHOONG, T. S.Y. Comparative study of polypropylene composites reinforced with oil palm empty fruit fiber and oil palm derived cellulose. **Materials and Design**, v. 29, p. 173-178, 2008.

LI, Y.; HU, C.; YU, Y. Interfacial studies of sisal fiber reinforced high density polyethylene (HDPE) composites. **Composites: Part A**, v. 3, p.570–578, 2008.

LUZ, S. M.; CALDEIRA-PIRES, A.; FERRÃO, P. M. C. Environmental benefits of substituting talc by sugarcane bagasse fibers as reinforcement in polypropylene composites: Ecodesign and LCA as strategy for automotive components. **Resources, Conservation and Recycling**, v.54, p.1135–1144, 2010.

LUZ, S. M. ; DEL TIO, J.; ROCHA, G. J. M.; GONÇALVES, A. R.; DEL'ARCO JR., A. P. Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties. **Composites: Part A**, v. 39, p. 1362–1369, 2008.

MA, X.; YU, J.; KENNEDY, J. F. Studies on the properties of natural fibers-reinforced thermoplastic starch composites. **Carbohydrate**, v. 62, p.19-24, 2005.

MANO, B.; ARAÚJO, JR.; SPINACÉ, M. A. S.; DE PAOLI, M-A. Polyolefin composites with curaua fibres: Effect of the processing conditions on mechanical properties, morphology and fibres dimensions. **Composites Science and Technology**, v.70, p. 29–35, 2010.

MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T. Natural Fibers, Biopolymers, and biocomposites. Taylor & Francis Group, LLC, cap 2, 39-97, 2005.

MONTEIRO, S. N., TERRONES, L. A. H., D'ALMEIDA, J. R. M. Mechanical performance of coir fiber/polyester composites, **Polymer Testing** ,v.27,p.591-595, 2008.

MOTHÉ, C. G.; AZEVEDO, A. D. **Análise Térmica de Materiais**. São Paulo: iEditora,p.21-112, 2002.

MULINARI, D. R. **Comportamento térmico, mecânico e morfológico dos compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com fibras de celulose do bagaço de cana de açúcar**. 2009. 116 f. Dissertação (Mestrado em engenharia Mecânica) - Departamento de Materiais e Tecnologia - Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá - UNESP, Guaratinguetá - SP, 2009a.

MULINARI, D. R.; VOORWALD, H. J. C.; CIOFFI, M. O. H.; DA SILVA, M. L. C. P.; CRUZ, T. G.; SARON, C. Sugarcane bagasse cellulose/HDPE composites obtained by extrusion. **Composites Science and Technology**, v.69, p. 214-219, 2009b.

NETO; PARDINI. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. São Paulo: Edgard Blucher, 2006, 313p.

NOGUEIRA, C. L.; MARLET, J. M. F.; REZENDE, M. C. Processo de Obtenção de Pré-impregnados Poliméricos Termoplásticos Via Moldagem por Compressão a Quente. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, Jul/Set, 1999.

ONÉSIPPE, C.; PASSE-COUTRIN, N.; TORO, F.; DELVASTO S.; BILBA, K.; ARSÈNE, M-A. Sugar cane bagasse fibres reinforced cement composites: Thermal considerations. **Composites: Part A**, v.41, p. 549-556, 2010.

PASQUINI, D. ; TEIXEIRA, E. M.; CURVELO, A. A. S.; BELGACEM, M. N.; DUFRESNE, A. Surface esterification of cellulose fibres: Processing and characterization of low-density polyethylene/cellulose fibres composites. **Composites Science and Technology**, v.68, p.193-201, 2008.

PIETAK, A.; KORTE, S.; TAN, E.; DOWNARD, A.; STAIGER, M. P. Atomic force microscopy characterization of the surface wettability of natural fibres. **Applied Surface Science**, v.253, p.3627-3635, 2007.

RAZERA, I. A. T. **Fibras lignocelulósicas como agente de reforço de compósitos de matriz fenólica e lignofenólica**. 2006.167f. Tese (Doutorado em Ciências) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.

ROCHA, G. J. M.; SILVA, F. T.; CURVELO, A. A. S; ARAÚJO, G. T. In Congress: Resumos do 5th Brazilian Symposium on the Chemistry of Lignins and Other Wood Components, Paraná, Brasil, 1997.

ROSA, M. F.; CHIOU, B.; MEDEIROS, E. S.; WOOD, D. F.; WILLIAMS, T. G.; MATTOSO, L. H. C.; ORTS, W. J.; IMAM, S. H. Effect of fiber treatments on tensile and thermal properties of starch/ethylene vinyl alcohol copolymers/coir biocomposites. **Bioresource Technology**, v.100, p.5196–5202, 2009.

ROSA, M. F. MEDEIROS, E. S. MALMONGE, J. A.; WOOD, D. F. MATTOSO, L. H. C. ORTS, W. J.; IMAM, S. H. Extração e Caracterização de “Whiskers” de celulose de fibra de coco. In Congress: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 18º CBCiMat, Porto de Galinhas, 2008

ROVERE, J.; CORREA, C. A. Caracterização Morfológica do Poliestireno de Alto Impacto (HIPS). **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 18, p. 12-19, 2008.

ROUT, J.; MISRA, M.; TRIPATHY, S. S.; NAYAK, S. K.; MOHANTY, A. K. The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites. **Composites Science and Technology**, v. 61, p.1303–1310, 2001.

SAHA, P.; MANNA, S.; CHOWDHURY, S. R.; SEN, R.; ROY, D.; ADHIKARI, B. Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment. **Bioresource Technology**, v. 101, p.3182-3187, 2010.

SAHEB, D. N., JOG, J. P. Natural fiber polymer composites: A Review. **Advances in Polymer Technology**, v.18, p.351–363, 1999.

SAHIN, T.; SINMAZÇELIK, T.; SAHIN, S. The effect of natural weathering on the mechanical, morphological and thermal properties of high impact polystyrene (HIPS). **Materials and design**, v.28, p. 2303-2309, 2007.

SALEEM, Z.; RENNEBAUM, H.; PUDEL, F.; GRIMM, E. Treating bast fibres with pectinase improves mechanical characteristics of reinforced thermoplastic composites. **Composites Science and Technology**, v.68, p. 471-476, 2008.

SANTOS, A. M.; AMICO, S. C.; SYDENSTRICKER, T. H. D. Desenvolvimento de compósito híbrido polipropileno/fibras de vidro e coco para aplicações de engenharia **In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 17° CBCiMat, Foz do Iguaçu, 2006

SANTOS, P. A. Uso de fibras de curauá como agente de reforço para poliamida 6. 2006. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade de Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo.167f, 2006.

SEGAL, L.; CREELY, J.; MARTIN JR., A. E; CONRAD, C. M. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. **Textile Research Journal**, v.29, p.786–794, 1959.

SILVA, R.; HARAGUCHI, S. K.; MUNIZ, E. C.; RUBIRA, A. F. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e compósitos. **Química Nova**, v.32, p.661-67, 2009.

SILVA, R. V. Compósito de resina poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais, 2003. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

SOUZA, O. C.; MELO, R. B.; CANDIDO, A. S.; SILVA, M. G.; FEITOSA, T. B. Aspectos da comercialização do coco no pólo Petrolina (Pe) e Juazeiro (Ba). In Congress: Simpósio de Produtividade em Pesquisa e II Encontro de Iniciação Científica do IFPI, 2009.

SPINACÉ, M. A. S.; LAMBERT, C. S.; FERMOSELLI, K. K. G.; DE PAOLI, M-A. Characterization of lignocellulosic curaua fibres. **Carbohydrate Polymers**, v. 77, p.47-53, 2009.

SUMMERSCALES J.; DISSANAYAKE, N. P. J.; VIRK, A. S.; HALL, W. A review of bast fibres and their composites. Part 1– Fibres as reinforcements. **Composites:Part A**, In Press, 2010

TROEDEC, M.L.; SEDAN, D.; PEYRATOUT, C.; BONNET, J. P.; SIMITH, A.; GUINEBRETIRRE, R.; GLOAGUEN, V.; KRAUSZ, P. Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres. **Composites: Part A**, v.39, p. 514-522, 2008.

VIANNA, W. L.; CORREA, C. A.; RAZZINO, C. A. Efeitos do tipo de poliestireno de alto impacto nas propriedades de compósitos termoplásticos com farinha de resíduo de madeira. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 14, n° 5, p. 339-348, 2004.

VILAY, V.; MARIATTI, M.; TAIB, R. M.; TODO, M. Effect of fiber surface treatment and fiber loading on the properties of bagasse fiber-reinforced unsaturated polyester composites. **Composites Science and Technology**, v.68, p.631-638, 2008.

WALLENBERGER, F. T.; WESTON, N. Natural Fibers, Plastics and Composites. Kluwer Academic Publishers, cap 14, 249-274, 2004.

ANEXO A - Dados de produção utilizados na configuração da injetora

Dados de produção

11:09:22
04.06.2009

Página 1

Tempo de ciclo	61,49		s
Retardação fechar	0,00	<input type="text" value="0,00"/>	s
Tempo de fechamento	2,38		s
Atraso Unid. de injeção p/ frente	0,00	<input type="text" value="0,20"/>	s
Tempo unid. de injeção p/ a frente	0,00		s
Atraso Injeção	0,20	<input type="text" value="0,20"/>	s
Tempo de enchimento	1,45		s
Tempo actual pós-pressão	7,00		s
Atraso Unid. de injeção p/ trás	0,00	<input type="text" value="0,20"/>	s
Tempo unid. de injeção p/ trás	0,00		s
Atraso Decompr. / Dosagem	0,50	<input type="text" value="0,50"/>	s
Tempo de dosagem	49,72		s
Tempo refrigeração	50,25	<input type="text" value="35,00"/>	s
Retardação abrir	0,00	<input type="text" value="0,00"/>	s
Tempo de abertura	1,08		s
Atraso Ejector para a frente	0,00	<input type="text" value="0,00"/>	s
Tempo ejector p/ a frente	0,32		s
Atraso Ejector para trás	0,00	<input type="text" value="0,00"/>	s
Tempo ejector p/ trás	0,41		s
Tempo intervalo	0,00	<input type="text" value="0,00"/>	s

A 33,25 ccm

A -2,0 mm

-1,9 mm

-0,6 mm

Temperatura
Óleo 32C
Ambiã 29C

Sist. bombagem 1
Óleo 32C
p-real 10,2bar

Unidade fecho
2,38s
1,08s

Dados oper.
Injec. 10277
Horas 194,00h

Temperatura
Óleo 32C
Ambiã 29C

Dados de produção Tempos Monitorizações Tempo ciclo anál.

MENÜ

Dados de temperatura utilizados no processo de injeção

Temp. cilindro | Valores regulador

	Massa	Zona 0.1	Zona 0.2	Zona 1	Zona 2	Zona 3	Zona 4	Zona 5	Zona 6	Zona 7	Zona 8	Refr
350 C												
0 C												
Nom. C		205		210	210	205						25
Real C		205		210	210	205						29
DL %		17		4	2	41						-100
Tol.+ C		15		15	15	15						15
Tol.- C		15		15	15	15						10
Baix. C		150		150	150	150						20

Atraso Baixar temperatura: 0,00 1 min

Temper.máx. cilindro: 350 C

Temper.mín. cilindro: 0 C

Aquecim. cilindro

M E N Ü

ANEXO B - Memória de cálculo para determinação da composição química das fibras

Amostras
bagaço in natura
bagaço branqueado
coco in natura
coco tratado
coco branqueado

Amostra	Umidade	massa úmida (g)	massa seca (g)
1A	9,15	2,1883	1,98807055
1B	9,15	2,1983	1,99715555
2A	11,09	2,225	1,9782475
2B	11,09	2,2274	1,98038134
3A	10,24	2,217	1,9899792
3B	10,24	2,2291	2,00084016
4A	12,91	2,2589	1,96727601
4B	12,91	2,2619	1,96988871
5A	9,35	2,1945	1,98931425
5B	9,35	2,1975	1,99203375

- Cálculo de Massa Seca = massa úmida - ((massa úmida * umidade) / 100)

CELOBIOSE							
Amostra	Área	concentração (g/L)	*0,5	mfinal (g) * f	%	Média	Desvio
1A	2165	0,0103	0,0052	0,0052	0,2593	0,2618	0,0034
1B	2231	0,0106	0,0053	0,0053	0,2642		
2A	6492	0,0262	0,0131	0,0131	0,6613	0,6658	0,0064
2B	6597	0,0265	0,0133	0,0133	0,6703		
3A	8456	0,0334	0,0167	0,0167	0,8382	1,0260	0,2656
3B	12608	0,0486	0,0243	0,0243	1,2138		
4A	8620	0,0340	0,0170	0,0170	0,8632	0,8634	0,0004
4B	8638	0,0340	0,0170	0,0170	0,8637		
5A	9510	0,0372	0,0186	0,0186	0,9356	0,9493	0,0195
5B	9823	0,0384	0,0192	0,0192	0,9631		

GLICOSE							
Amostra	Área	Concentração (g/L)	*0,5	mfinal (g) * f	%	Média	Desvio
1A	723379	2,7301	1,3651	1,2285	61,7961	61,6597	0,1929
1B	723477	2,7305	1,3652	1,2287	61,5233		
2A	718876	2,7132	1,3566	1,2209	61,7185	61,6641	0,0769
2B	718380	2,7113	1,3557	1,2201	61,6097		
3A	609667	2,3033	1,1517	1,0365	52,0859	51,5466	0,7627
3B	600238	2,2679	1,1340	1,0206	51,0073		
4A	609914	2,3043	1,1521	1,0369	52,7082	52,6758	0,0458
4B	609974	2,3045	1,1522	1,0370	52,6435		
5A	669858	2,5292	1,2646	1,1382	57,2135	57,1423	0,1007
5B	669099	2,5264	1,2632	1,1369	57,0711		

Ácido Glucurônico							
Amostra	Área	Concentração (g/L)	*0,5	mfinal * f	%	Média	Desvio
1A	719	0,0068	0,0034	0,0034	0,3412	0,3376	0,0051
1B	690	0,0067	0,0033	0,0033	0,3340		
2A	0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
2B	0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000		
3A	2696	0,0166	0,0083	0,0083	0,8306	0,8214	0,0130
3B	2622	0,0162	0,0081	0,0081	0,8123		
4A	2473	0,0155	0,0078	0,0078	0,7754	0,7723	0,0044
4B	2448	0,0154	0,0077	0,0077	0,7692		
5A	1159	0,0090	0,0045	0,0045	0,4501	0,4662	0,0228
5B	1289	0,0096	0,0048	0,0048	0,4823		

XILOSE							
Amostra	Área	Concentração (g/L)	*0,5	mfinal * f	%	Média	Desvio
1A	206561	0,7815	0,3908	0,3439	17,2966	17,2178	0,1115
1B	205606	0,7779	0,3890	0,3423	17,1389		
2A	203353	0,7695	0,3847	0,3386	17,1144	17,1313	0,0240
2B	203980	0,7718	0,3859	0,3396	17,1483		
3A	81305	0,3108	0,1554	0,1368	6,8720	6,8419	0,0426
3B	81028	0,3098	0,1549	0,1363	6,8118		
4A	96035	0,3662	0,1831	0,1611	8,1894	8,1752	0,0201
4B	95825	0,3654	0,1827	0,1608	8,1609		
5A	106672	0,4061	0,2031	0,1787	8,9828	9,0076	0,0351
5B	107417	0,4089	0,2045	0,1799	9,0324		

ARABINOSE							
Amostra	Área	Concentração (g/L)	*0,5	mfinal * f	%	Média	Desvio
1A	7723	0,0329	0,0164	0,0145	0,7272	0,7187	0,0119
1B	7555	0,0322	0,0161	0,0142	0,7103		
2A	6913	0,0299	0,0149	0,0132	0,6650	0,6667	0,0024
2B	6964	0,0301	0,0150	0,0132	0,6684		
3A	2906	0,0153	0,0076	0,0067	0,3374	0,3355	0,0027
3B	2881	0,0152	0,0076	0,0067	0,3335		
4A	10709	0,0438	0,0219	0,0193	0,9788	0,9583	0,0291
4B	10221	0,0420	0,0210	0,0185	0,9377		
5A	10192	0,0419	0,0209	0,0184	0,9262	0,9254	0,0011
5B	10189	0,0419	0,0209	0,0184	0,9247		

ÁCIDO ACÉTICO							
Amostra	Área	Concentração (g/L)	*0,5	mfinal * f	%	Média	Desvio
1A	6294	0,0489	0,0245	0,0176	0,8856	0,8786	0,0099
1B	6216	0,0484	0,0242	0,0174	0,8716		
2A	0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000		
2B	0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000		
3A	10418	0,0781	0,0391	0,0281	1,4136	1,4247	0,0157
3B	10652	0,0798	0,0399	0,0287	1,4358		
4A	0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000		
4B	0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000		
5A	0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000		
5B	0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000		

ÁCIDO FÓRMICO							
Amostra	Área	Concentração (g/L)	*0,5	mfinal * f	%	Média	Desvio
Não foi detectado							

HMF							
Amostra	Área	Concentração (g/L)	*0,5	mfinal * f	%	Média	Desvio
1A	408013	0,0079	0,0040	0,0054	0,2726	0,2719	0,0010
1B	407723	0,0079	0,0040	0,0054	0,2712		
2A	592238	0,0105	0,0053	0,0072	0,3651	0,3649	0,0003
2B	592211	0,0105	0,0053	0,0072	0,3647		
3A	330385	0,0068	0,0034	0,0047	0,2342	0,2354	0,0016
3B	337733	0,0069	0,0035	0,0047	0,2365		
4A	347642	0,0071	0,0035	0,0048	0,2455	0,2450	0,0007
4B	346393	0,0070	0,0035	0,0048	0,2445		
5A	461122	0,0087	0,0043	0,0059	0,2986	0,2998	0,0018
5B	467014	0,0088	0,0044	0,0060	0,3011		

FURFURAL							
Amostra	Área	Concentração (g/L)	*0,5	mfinal * f	%	Média	Desvio
1A	1996533	0,0504	0,0252	0,0325	1,6355	1,6339	0,0022
1B	2001917	0,0505	0,0253	0,0326	1,6324		
2A	1700215	0,0430	0,0215	0,0277	1,4021	1,4037	0,0024
2B	1706205	0,0432	0,0216	0,0278	1,4054		
3A	1470323	0,0373	0,0186	0,0240	1,2075	1,2259	0,0260
3B	1524068	0,0386	0,0193	0,0249	1,2443		
4A	1686407	0,0427	0,0213	0,0275	1,3986	1,4069	0,0117
4B	1708963	0,0432	0,0216	0,0279	1,4152		
5A	1991806	0,0503	0,0251	0,0324	1,6306	1,6402	0,0135
5B	2018219	0,0510	0,0255	0,0329	1,6498		

Amostra	Abs lig. (280 nm)	diluição	Abs Pd 280	Conc. Lig. (g/L)	massa (g)
1A	0,492	4,92	5,4780	0,0299	0,0149
1B	0,5047	5,047	5,4901	0,0237	0,0119
2A	0,4237	4,237	5,0547	0,0438	0,0219
2B	0,4373	4,373	5,0686	0,0372	0,0186
3A	0,4972	4,972	4,1446	0,0443	0,0221
3B	0,4939	4,939	4,2799	0,0353	0,0176
4A	0,5121	5,121	4,6711	0,0241	0,0120
4B	0,5126	5,126	4,7217	0,0216	0,0108
5A	0,5196	5,196	5,5433	0,0186	0,0093
5B	0,5238	5,238	5,6131	0,0201	0,0100

Amostra	tara	peso seco (g)	lig. Insol. + cinzas (g)	lig. Insolúvel	%
1A	123,6873	123,9617	0,2744	0,2449	12,3185
1B	123,2491	123,5216	0,2725	0,2410	12,0672
2A	123,6191	123,7615	0,1424	0,1255	6,3440
2B	114,9896	115,1382	0,1486	0,1414	7,1400
3A	109,0281	109,7434	0,7153	0,6428	32,3018
3B	149,3090	150,0385	0,7295	0,6560	32,7862
4A	126,5645	127,1762	0,6117	0,6046	30,7329
4B	72,2630	72,8821	0,6191	0,6126	31,0982
5A	135,8887	136,2578	0,3691	0,3637	18,2827
5B	127,4050	127,8005	0,3955	0,3831	19,2316

<i>BALANÇO DE MASSA (%)</i>					
Amostr as	Hemicelulose	Celulose	Lignina total	Cinzas	Total
1A	20,8860	62,3280	13,0693	1,4839	97,7673
1B	20,6872	62,0587	12,6607	1,5772	96,9838
2A	19,1814	62,7449	7,4498	0,8543	90,2304
2B	19,2221	62,6447	8,0796	0,3636	90,3100
3A	10,6610	53,1584	33,4142	3,6433	100,8768
3B	10,6376	52,4576	33,6674	3,6735	100,4361
4A	11,3422	53,8169	31,3446	0,3609	96,8646
4B	11,2830	53,7517	31,6472	0,3300	97,0119
5A	11,9898	58,4477	18,7498	0,2715	89,4587
5B	12,0892	58,3352	19,7354	0,6225	90,7823

ANEXO C - Histogramas das distribuições das dimensões das fibras

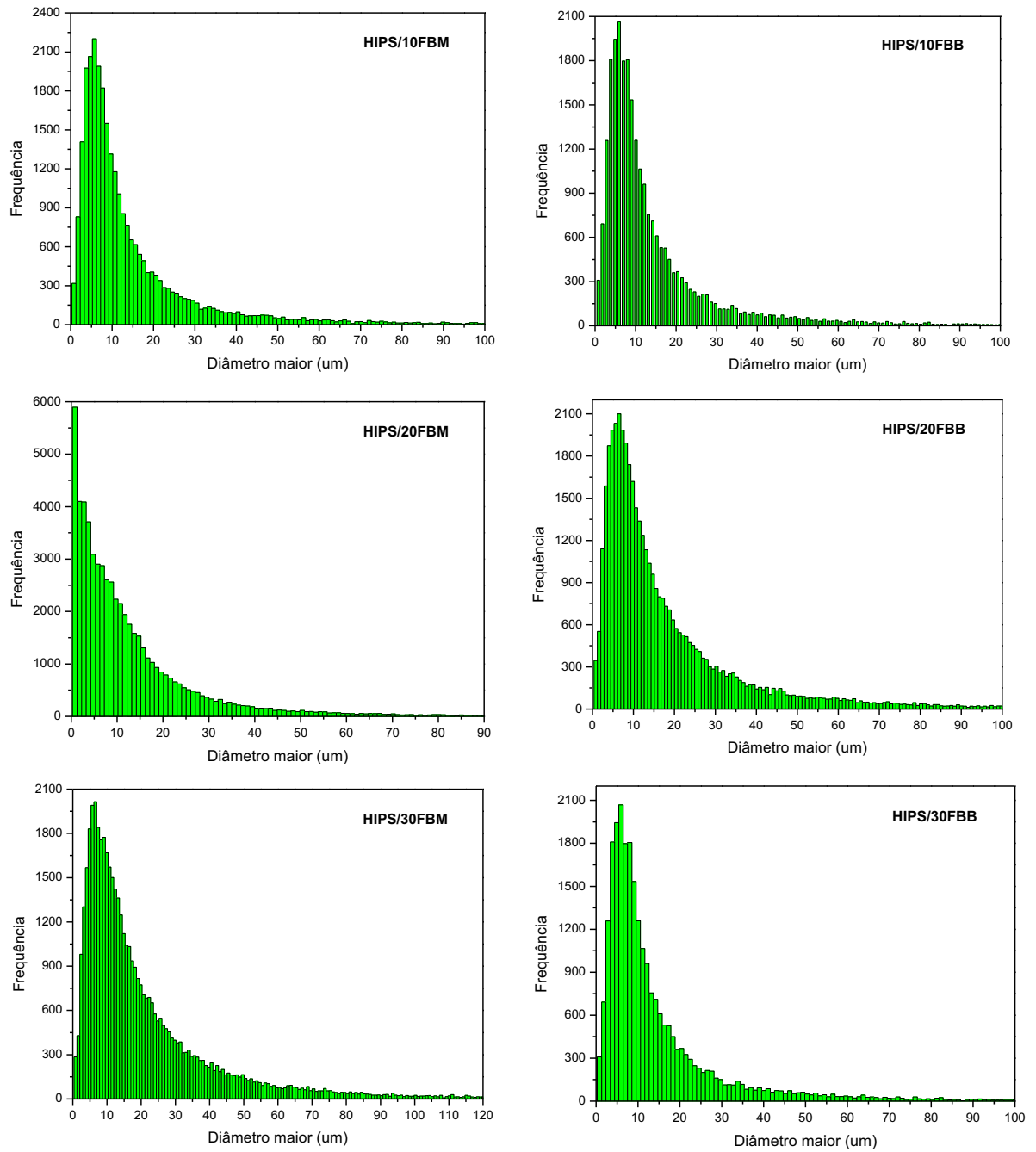


Figura 1 - Histograma da distribuição dos valores do diâmetro maior das fibras nos compostos HIPS/FB.

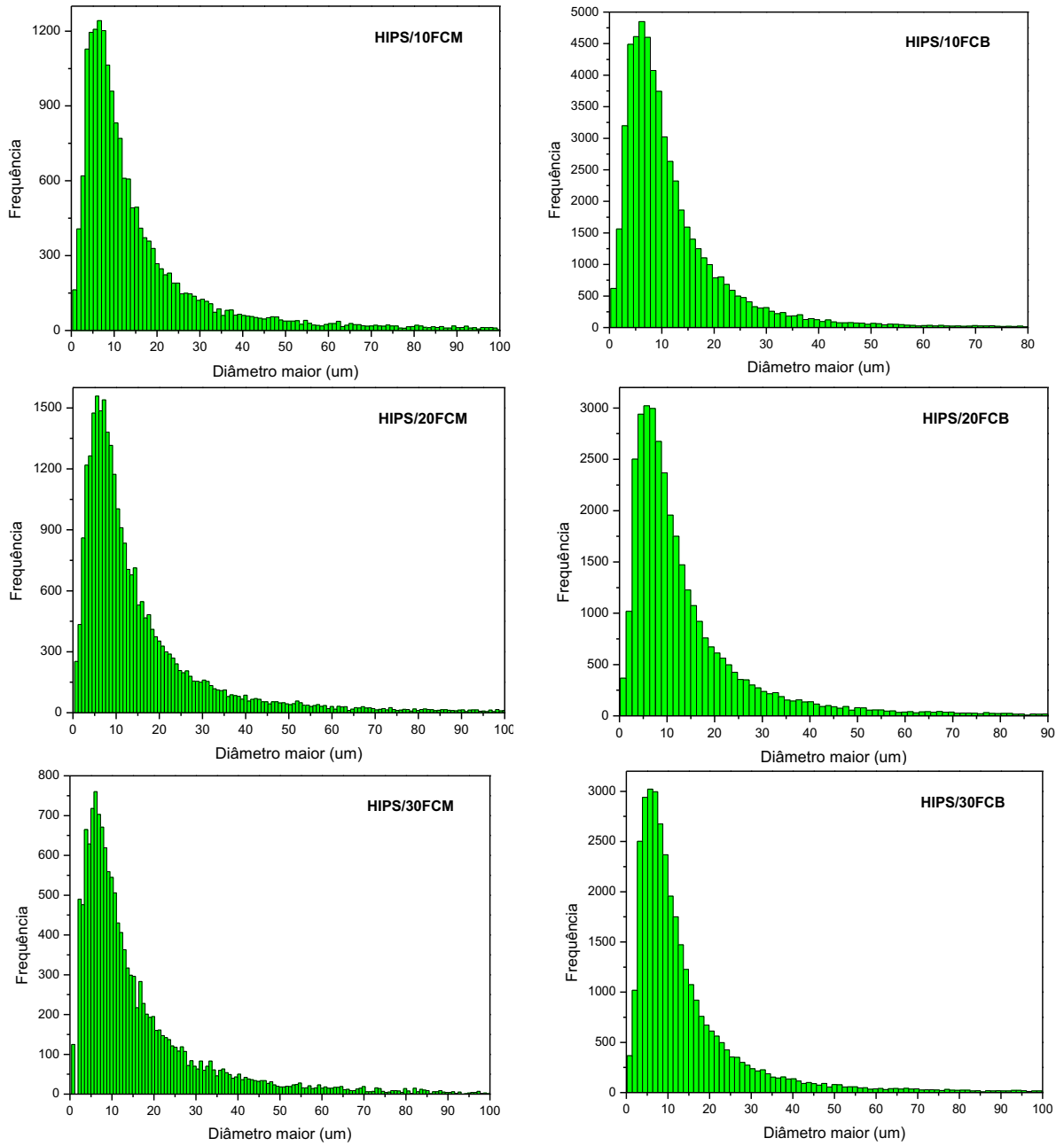


Figura 2 - Histograma da distribuição dos valores do diâmetro maior das fibras nos compostos HIPS/FC.

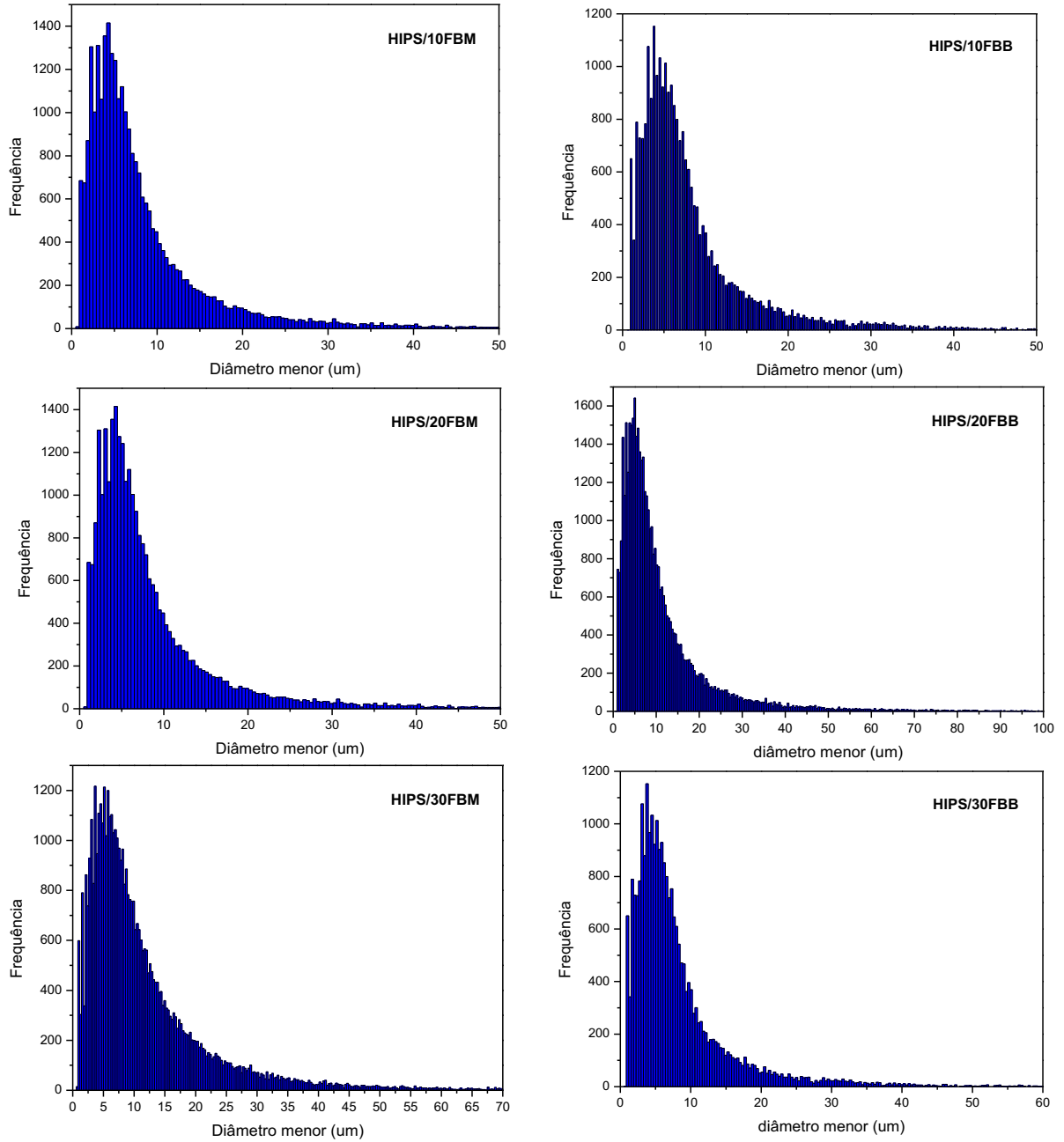


Figura 3 - Histograma da distribuição dos valores do diâmetro menor das fibras nos compósitos HIPS/FB.

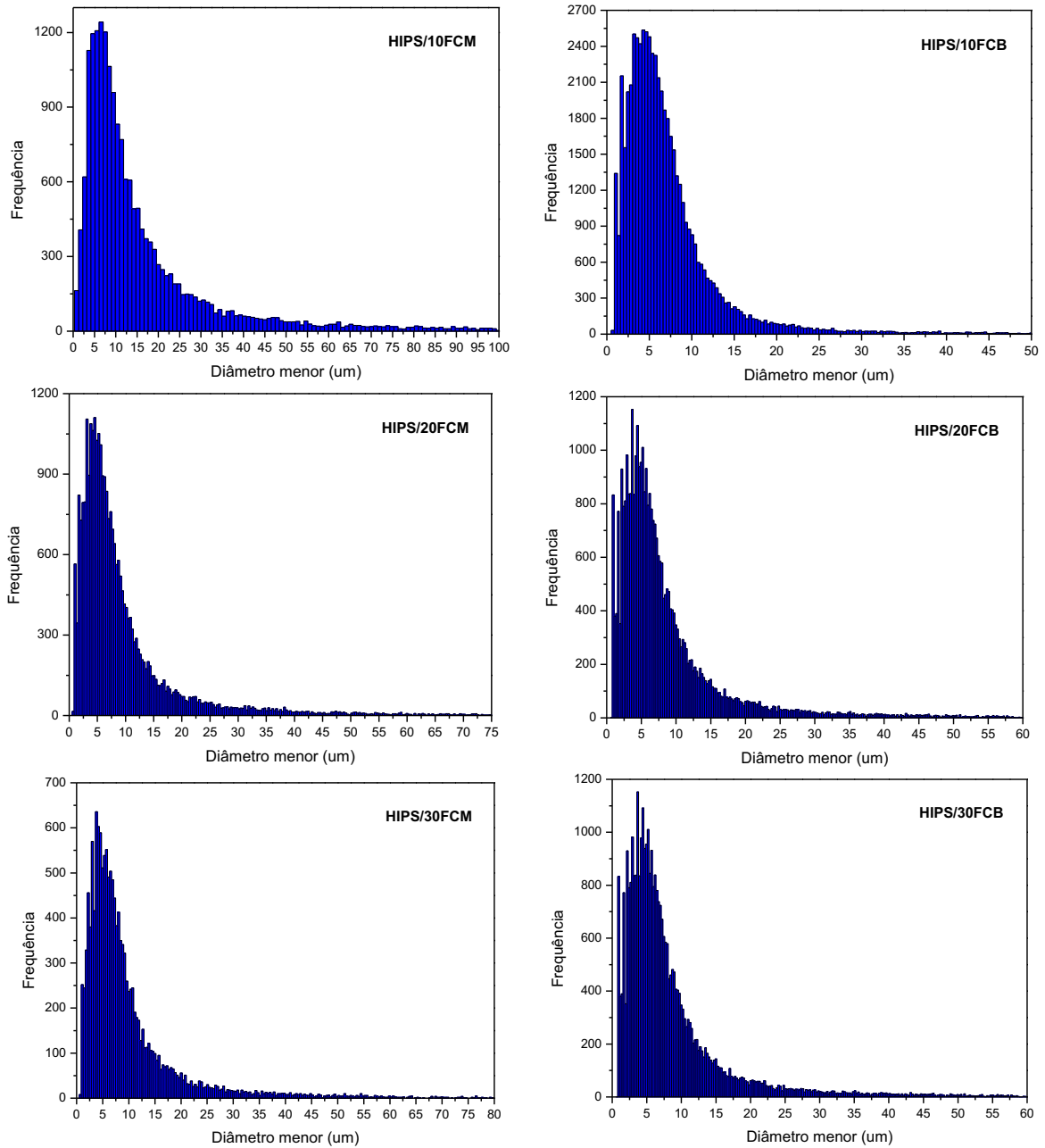


Figura 4 - Histograma da distribuição dos valores do diâmetro menor das fibras nos compósitos HIPS/FC.

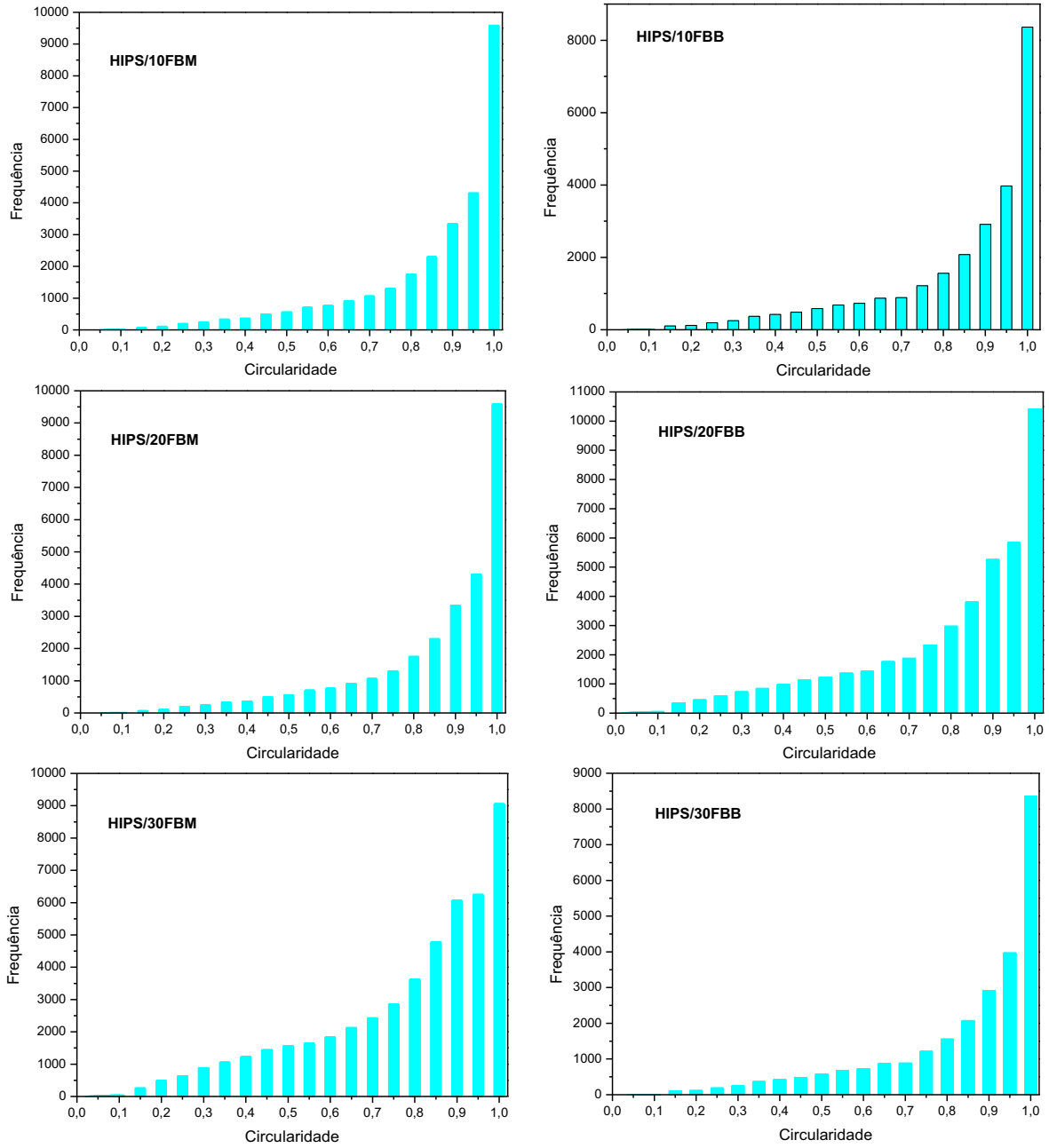


Figura 5 - Histograma da distribuição dos valores de circularidade das fibras nos compósitos HIPS/FB.

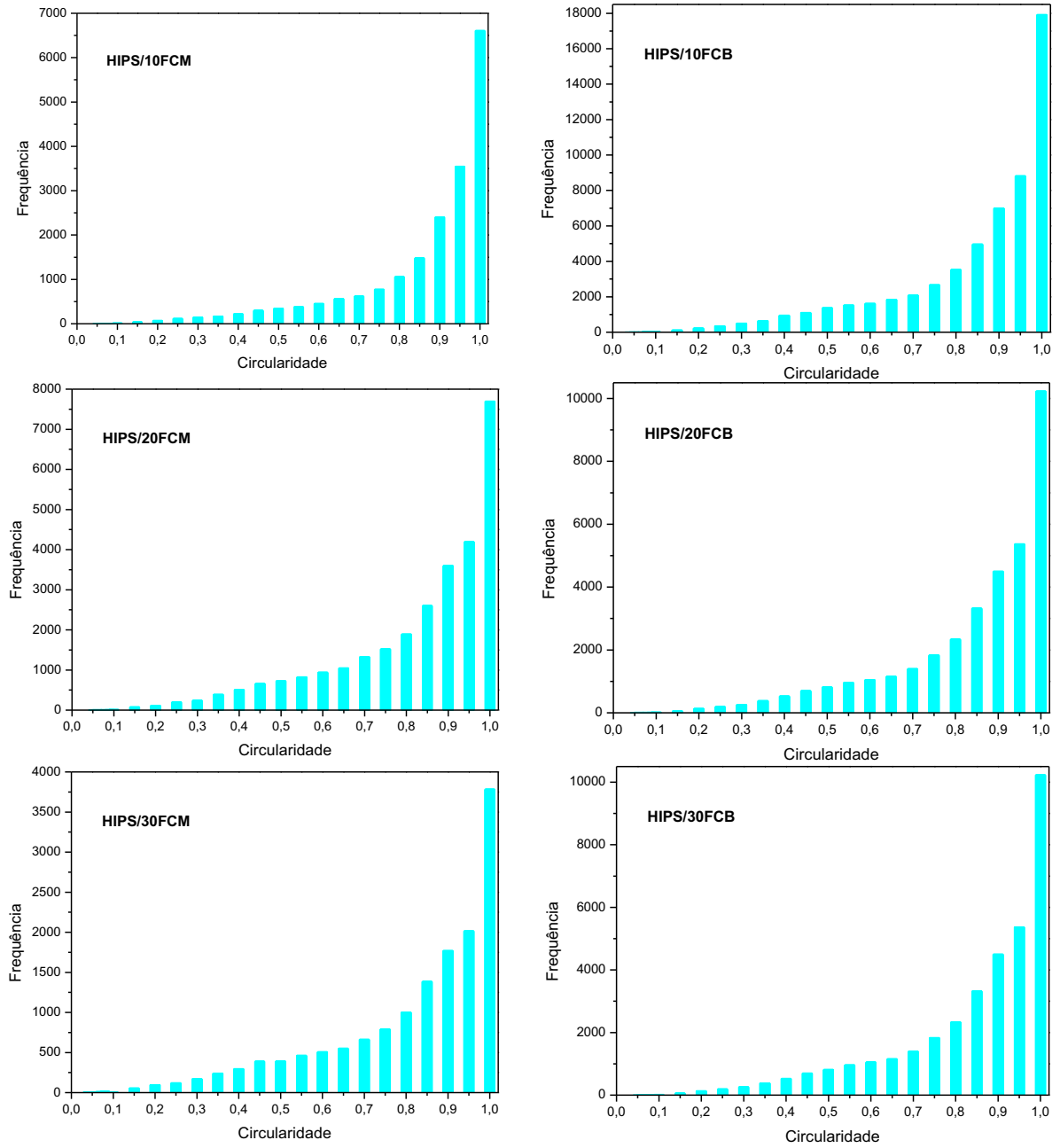


Figura 6 - Histograma da distribuição dos valores de circularidade das fibras nos compósitos HIPS/FC.