

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA  
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

**JEAN DE LIMA OLIVEIRA**

**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE  
POLIPROPILENO REFORÇADOS COM FIBRAS DA PALMEIRA  
REAL AUSTRALIANA**

**VOLTA REDONDA  
2015**

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA  
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE  
POLIPROPILENO REFORÇADOS COM FIBRAS DA PALMEIRA REAL  
AUSTRALIANA**

Dissertação apresentada ao Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA, como requisito obrigatório para obtenção do título de Mestre em Materiais, sob a orientação da Prof<sup>a</sup> Dra. Daniella Regina Mulinari, na área de concentração de Processamentos e Caracterização de Materiais Poliméricos, linha de pesquisa de Materiais Poliméricos.

Orientado:

Jean de Lima Oliveira

Orientadora:

Prof. Dr<sup>a</sup>. Daniella Regina Mulinari

**VOLTA REDONDA**

**2015**

### FICHA CATALOGRÁFICA

Bibliotecária: Alice Tacão Wagner - CRB 7/RJ 4316

O48p Oliveira, Jean de Lima.  
Processamento e caracterização de compósitos de polipropileno reforçados com fibras da palmeira real australiana. / Jean de Lima Oliveira. - Volta Redonda: UniFOA, 2015.

59 p. : Il

Orientador(a): Daniella Regina Mulinari

Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado Profissional em Materiais, 2015

1. Materiais compósitos - dissertação. 2. Fibra de palmeira. I. Mulinari, Daniella Regina. II. Centro Universitário de Volta Redonda. III. Título.

CDD – 620.118

## FOLHA DE APROVAÇÃO

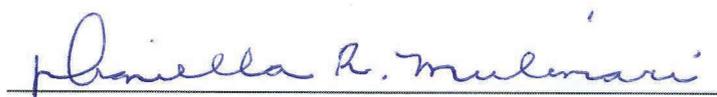
**Aluno: Jean de Lima Oliveira**

### **PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO REFORÇADOS COM FIBRAS DA PALMEIRA REAL AUTRALIANA**

Orientador:

Profa. Dra. Daniella Regina Mulinari

Banca Examinadora



Profa. Dra. Daniella Regina Mulinari



Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago



Prof. Dr. André Marques dos Santos

## **AGRADECIMENTOS**

Senhor meu Deus e meu Pai; Eu te agradeço por tudo que tens feito em minha vida: pela alegria de viver, por minha família, pelos meus amigos, pelo ar que respiro, pelos dons que me deste e pelos relacionamentos que possibilitam que eu cresça a cada dia.

À minha esposa Luciana Carlos e à minha filha Eduarda Carlos que abdicaram dos momentos destinados a família para apoiarem a realização deste projeto. Ainda que os dias ruins surjam, sei que posso contar com o apoio de vocês, aquele sorriso que vem acompanhado de um abraço forte e carregado de saudade que alimenta a alma e me incentiva a prosseguir.

À minha orientadora Professora Daniella R. Mulinari, por sua compreensão, seu apoio e sua orientação em todas as etapas deste sonho.

Aos técnicos dos laboratórios da UniFOA, Luciano Monteiro Rodrigues, Dirceu Hartung Camargo Coutinho pelo apoio e atenção em cada procedimento realizado.

Aos colegas e Professores do MEMAT, sempre dispostos e empenhados em ajudar.

OLIVEIRA, J. L. **Processamento e caracterização de compostos de polipropileno reforçados com fibras da palmeira real australiana**. 2015. 62 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Materiais) – Fundação Oswaldo Aranha, Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA, Volta Redonda-RJ.

## RESUMO

Na busca por novos materiais e/ou processos que tragam inovação tecnológica, redução nos custos de insumos, do impacto ambiental e diminuição dos acidentes causados pelo transporte e/ou manuseio, este trabalho busca desenvolver uma solução, o desenvolvimento de um novo produto, um material Compósito reforçado com a fibra da Palmeira Real Australiana adicionado a uma matriz polimérica a base de polipropileno PP. O polipropileno (PP) foi utilizado como matriz termoplástica devido ao baixo custo e sua temperatura de processamento ser menor que a temperatura de degradação da fibra, por apresentar alta resistência à fratura por flexão e boa resistência ao impacto. Devido à falta de compatibilização química das fibras com a matriz, as fibras foram mercerizadas e foi utilizado PP-g-MA como agente compatibilizante. As fibras *“in natura”* e mercerizadas foram caracterizadas pelas técnicas de Difração de Raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de infravermelho (FTIR). Após a caracterização as fibras mercerizadas foram misturadas com o PP, nas proporções de 5 e 10% (m/m) e injetadas para a confecção de corpos de prova de tração e flexão. Posteriormente, foram avaliadas as propriedades mecânicas dos compósitos e os resultados evidenciaram um ganho de aproximadamente 12% no limite de resistência a tração e de aproximadamente 21% no seu módulo de elasticidade. A adição de PP-g-MA no compósito não resultou em mudanças significativas para a resistência à flexão e à tração quando comparado aos compósitos sem o uso do agente compatibilizante.

**Palavras-chave:** *Archontophoenix alexandrae*; PP; fibra da palmeira; propriedades mecânicas.

OLIVEIRA, J. L. **Processing and characterization of composite reinforced with polypropylene fiber palm royal australian**. 2015. 62 f. Dissertation (Professional Master in Materials) - Foundation Oswaldo Aranha, University Center of Volta Redonda – UniFOA, Volta Redonda, Rio de Janeiro, Brazil.

## ABSTRACT

In the search for new materials and / or processes that bring a technological innovation, reduce costs, inputs, and decrease the environmental impact of accidents caused by transport and / or handling, this paper seeks to develop a solution, developing a new product a Composite materials reinforced with fiber Palm Royal Australian added to a polymer matrix based on polypropylene PP. Polypropylene (PP) was used as thermoplastic matrix due to its low cost and the processing temperature is less than the degradation temperature of the fiber due to high resistance to fracture by bending and good impact resistance. Due to lack of chemical compatibility of the fibers with the matrix, the fibers were mercerized and PP-g-MA was used as coupling agent. Fibers "in natura" and mercerized were characterized by the techniques of X-ray Diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and infrared spectroscopy (FTIR). After characterizing the mercerized fibers are mixed with the PP in the proportions of 5, 10 and 20% (w / w). The mixtures were performed in a termokinetic mixer and then were injected for making specimens tensile and bending. Subsequently, we evaluated the mechanical properties of the composites and the results will be discussed during this. It is known that chemical treatment provided amorphous components reduce some of the fibers, causing changes in their surface. The addition of chemically treated fibers to the PP matrix led to an increase in modulus of elasticity in tension and bending of the composite to be delivered in significant proportions during this. No However, the use of the coupling agent provided superior results to other composites.

**Keywords:** *Archontophoenix alexandrae*; PP; palm fiber; mechanical properties.

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais vantagens das fibras naturais quando comparada às fibras de vidro.....	15
Tabela 2 - Tipos e algumas aplicações dos termoplásticos e dos termofixos .....	17
Tabela 3 - Descrição dos compósitos de PP reforçados com diferentes proporções de fibras e do PP puro.....	36
Tabela 4 - Índice de cristalinidade das fibras da palmeira <i>in natura</i> .....	40
Tabela 5 - Principais vibrações na região do FTIR observadas nos materiais lignocelulósicos. ....	41
Tabela 6 - Caracterização química das fibras da palmeira <i>in natura</i> .....	43
Tabela 7 - Valores do limite de resistência à tração.....	48
Tabela 8 - Valores do limite de resistência à flexão .....	51

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Compósito gerado a partir da união de um reforço e uma matriz .....	14
Figura 2 - Esquema ilustrativo de compósitos reforçados: (a) por fibras descontínuas unidirecionais, (b) por fibras descontínuas aleatórias, (c) por fibras contínuas unidirecionais e (d) por fibras contínuas e bidirecionais.....	15
Figura 3 - Desenho esquemático da estrutura da parede da célula vegetal.....	21
Figura 4 - Resíduos estipes (A); bainhas externas e internas (B) e segmento foliar (C) da <i>Archontophoenix alexandrae</i> , descartados no campo.....	22
Figura 5 - Designação dos parâmetros no ensaio de tração.....	26
Figura 6 - Representação esquemática do dispositivo de ensaio de flexão em três pontos.....	26
Figura 7 - Fibras trituradas e peneiradas.....	28
Figura 8 - Fluxograma empregado na metodologia deste trabalho.....	34
Figura 9 - Homogeneizador (a) e detalhe da cápsula de mistura (b). .....	35
Figura 10 - Moinho granulador (a); compósito moído (b). .....	35
Figura 11 - Máquina Injetora .....	36
Figura 12 - Máquina de ensaios Mecânicos EMIC - Ensaio de Tração.....	37
Figura 13 - Dispositivo usado para o ensaio de flexão.....	38
Figura 14 - Difratograma de Raios X das fibras da palmeira <i>in natura</i> .....	39
Figura 15 - FTIR das fibras da palmeira <i>in natura</i> .....	40
Figura 16 - MEV das fibras da palmeira <i>in natura</i> .....	42
Figura 17 - Tempo de mistura dos compósitos de PP reforçados com fibras da palmeira.....	44
Figura 18 - Corpos de prova obtidos para os ensaios mecânicos.....	44
Figura 19 - MO dos compósitos PP reforçados com fibras da palmeira <i>in natura</i> CP 5%/m/m (a) 20x; (b) 40x.....	45
Figura 20 - MO dos compósitos PP reforçados com fibras da palmeira <i>in natura</i> CPA 5%/m/m (a) 20x; (b) 40x.....	45
Figura 21 - MO dos compósitos PP reforçados com fibras da palmeira <i>in natura</i> CP10%/m/m (a) 20x; (b) 40x.....	46
Figura 22 - MO dos compósitos PP reforçados com fibras da palmeira <i>in natura</i> CPA 10%/m/m (a) 20x; (b) 40x.....	46

Figura 23 - Gráfico Tensão x Deformação do PP e dos compósitos.....	47
Figura 24 - Fratura dos compósitos submetidos ao Ensaio de tração.....	48
Figura 25 - Representação provável da interação entre as fibras celulósicas com o PP-g-MA.....	49
Figura 26 - Módulo de elasticidade em tração dos compósitos em função do teor e tipo de fibra.....	50
Figura 27 - Módulo de elasticidade em flexão dos compósitos e do PP puro .....	51

## LISTA DE ANEXOS

Anexo A - Recibo de Petição Eletrônico (INPI) .....	59
---	----

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>12</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>14</b>
<b>2.1</b>	<b>Compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais.....</b>	<b>14</b>
<b>2.2</b>	<b>Matriz .....</b>	<b>15</b>
<b>2.3</b>	<b>Reforço .....</b>	<b>20</b>
<b>2.4</b>	<b>Tratamento das fibras .....</b>	<b>22</b>
<b>2.5</b>	<b>Processamento dos compósitos.....</b>	<b>24</b>
<b>2.6</b>	<b>Propriedades mecânicas.....</b>	<b>24</b>
<b>2.7</b>	<b>Morfologia e distribuição das fibras na matriz.....</b>	<b>27</b>
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>28</b>
<b>3.1</b>	<b>Materiais .....</b>	<b>28</b>
<b>3.2</b>	<b>Análise das fibras .....</b>	<b>29</b>
3.2.1	Difratometria de Raios X (DRX).....	29
3.2.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	30
3.2.3	Espectroscopia de Infravermelho (FTIR) .....	30
3.2.4	Caracterização Química .....	31
<b>3.3</b>	<b>Obtenção dos compósitos.....</b>	<b>33</b>
<b>3.4</b>	<b>Ensaio Mecânico dos Materiais Compósitos .....</b>	<b>37</b>
3.4.1	Tração .....	37
3.4.2	Flexão.....	37
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>39</b>
<b>4.1</b>	<b>Análise das Fibras .....</b>	<b>39</b>
4.1.1	Difratometria de Raios X (DRX).....	39
4.1.2	Espectroscopia de Infravermelho (FTIR) .....	40
4.1.3	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	41
4.1.4	Caracterização Química .....	43
<b>4.2</b>	<b>Obtenção dos Compósitos .....</b>	<b>43</b>
4.2.1	Tempo de Mistura.....	44
4.2.2	Obtenção dos corpos de prova.....	44
<b>4.3</b>	<b>Ensaio Mecânico.....</b>	<b>46</b>
4.3.1	Tração .....	46

4.3.2	Flexão.....	50
5	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>53</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>54</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O uso indiscriminado dos recursos naturais pode causar ao meio ambiente danos irreparáveis quando exercidos de forma descontrolada. É o caso da exploração da madeira, da lenha, dos subprodutos florestais e a silvicultura (povoamentos florestais) - cujos impactos ambientais afetam os ecossistemas comprometendo a existência de formações vegetais nativas, espécies vegetais e animais endêmicos, fauna migratória, espécies raras e ameaçadas de extinção (MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE, 2014).

Na busca por novos materiais e/ou processos que tragam inovação tecnológica, bem como redução nos custos de insumos, do impacto ambiental e diminuição dos acidentes causados pelo transporte e/ou manuseio, a engenharia utiliza-se da tecnologia para desenvolver novos materiais “Compósitos”, em parte para facilitar as suas tarefas e aumentar o seu bem-estar, bem como para atender as necessidades do mercado (RODA, 2013).

A maior dificuldade em obter um compósito polimérico reforçado com fibras naturais está nas condições de processamento e interação entre matriz/ reforço, pois a matriz apresenta estrutura hidrofóbica e o reforço estrutura hidrofílica (MULINARI, 2009). Por este motivo, muitos trabalhos indicam a modificação superficial das fibras *in natura* para aumentar a energia superficial, antes de ser incorporada como reforço em matrizes poliméricas visando melhorar à compatibilidade entre fibra e matriz (MULINARI et al., 2010; SHANMUGAM; THIRUCHITRAMBALAM, 2013).

Uma maneira de produzir um compósito é unindo dois materiais de naturezas distintas, criando-se um terceiro material com propriedades superiores à dos demais. Desta forma, este trabalho tem como objetivo desenvolver e caracterizar um compósito polimérico contendo uma matriz polipropileno (PP) reforçado com fibras da palmeira real australiana. A fibra da palmeira foi escolhida por ser um insumo renovável e por proporcionar uma redução de peso dos componentes, bem como aspectos ligados à recuperação das matérias-primas e ao reaproveitamento dos materiais no final do ciclo de vida do produto (LUZ, 2008).

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:

1. Obtenção das fibras da palmeira real australiana;
2. Trituração e peneiramento das fibras;
3. Caracterização das fibras *in natura*: Microscopia Eletrônica de Varredura, Difratomia de Raios X e Espectroscopia de Infravermelho;
4. Obtenção dos corpos de prova para a realização dos ensaios mecânicos (tração e flexão);
5. Avaliação do uso do agente compatibilizante PP-g-MA na obtenção dos compósitos;
6. Análise das propriedades mecânicas;
7. Avaliação dos resultados obtidos;
8. Consolidação do conhecimento adquirido nos dados coletados, por meio de publicação em periódicos e congressos.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais

Compósito pode ser definido pela mistura de dois ou mais materiais (ou fases) para resultar em uma melhor combinação de suas propriedades (CALLISTER Jr., 2006). 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 (BENINI, 2011).

A Figura 1 evidencia um compósito obtido por uma matriz polimérica e um reforço (fibra de vidro).

Figura 1 - Compósito gerado a partir da união de um reforço e uma matriz

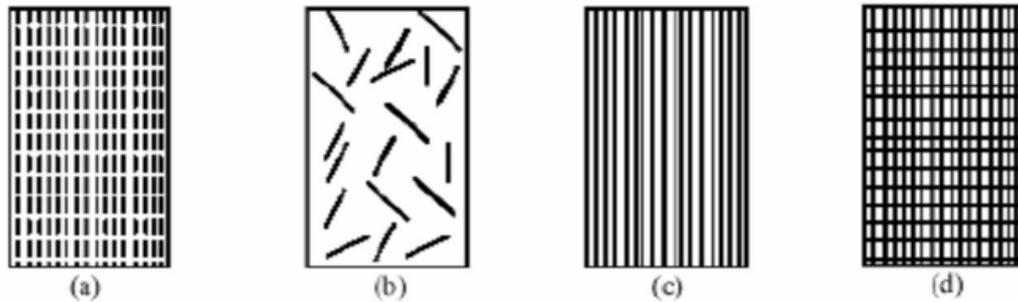


Fonte: (RODA, 2013)

Os compósitos têm sido utilizados com sucesso em componentes estruturais de alto desempenho aplicados em aviões, automóveis, navios, plantas petroquímicas, implantes ortopédicos e na construção civil, há cerca de quatro décadas (NETO e PARDINI, 2006).

Segundo Padilha (2007), a matriz pode ser polimérica, metálica ou cerâmica e o reforço pode estar na forma de dispersão de partículas, fibras, bastonetes, lâminas ou plaquetas, conforme observado na Figura 2.

Figura 2 - Esquema ilustrativo de compósitos reforçados: (a) por fibras descontínuas unidirecionais, (b) por fibras descontínuas aleatórias, (c) por fibras contínuas unidirecionais e (d) por fibras contínuas e bidirecionais



Fonte: (CALISTER, 2011)

O desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais teve um grande crescimento motivado pelo apelo ambiental. Diante desse cenário sustentável, as fibras naturais apresentam uma alternativa viável em algumas aplicações, quando comparados aos compósitos poliméricos reforçados com fibra de vidro (MULINARI, 2009). A Tabela 1 mostra as principais vantagens das fibras naturais quando comparada à de vidro.

Tabela 1 - Principais vantagens das fibras naturais quando comparada às fibras de vidro

Propriedades	Fibras Naturais	Fibras de Vidro
Densidade	Baixa	Alta
Reciclabilidade	Sim	Não
Fonte renovável	Sim	Não
Consumo de energia para a produção	Baixo	Alto
Abrasividade aos equipamentos	Não	Sim
Risco à saúde quando inalada	Não	Sim
Descarte ambiental	Biodegradável	Não-biodegradável

Fonte: (WAMBUA; IVENS; VERPOEST, 2003)

## 2.2 Matriz

Existe uma grande variedade de plásticos de diferentes tipos e formas, dos mais rígidos aos mais maleáveis. Os plásticos ou polímeros são formados pela união de pequenas moléculas, os monômeros, que se unem para a formação de moléculas maiores (macromoléculas). Os polímeros são divididos em dois grupos de

acordo com as suas características de fusão ou derretimento: termoplásticos e termorrígidos.

Os termoplásticos são aqueles que fundem e fluem sob efeito de temperatura e pressão e endurecem quando resfriados, podendo assim assumir uma forma específica. Os termorrígidos ou termofixos são aqueles que não derretem após sua solidificação. Apresentam-se na fase líquida sob uma temperatura abaixo de 50°C, o que possibilita sua moldagem. Possui um baixo investimento em sua linha de produção, tornando-o bem atrativo (MARINUCCI, 2011).

A Tabela 2 a seguir apresenta os tipos e algumas aplicações dos Termoplásticos e Termofixos.

Tabela 2 - Tipos e algumas aplicações dos termoplásticos e dos termofixos

TIPOS	APLICAÇÕES
<b>TERMOPLÁSTICOS</b>	
 <b>PET</b> Polietileno tereftalato	Frascos de refrigerantes, produtos farmacêuticos, produtos de limpeza, mantas de impermeabilização, e fibras têxteis.
 <b>PEAD</b> Polietileno de Alta Densidade	Embalagens para cosméticos, produtos químicos e de limpeza, tubos para líquidos e gás, tanques de combustível para veículos automotivos.
 <b>PVC</b> Policloreto de Vinila	Frascos de água mineral, tubos e conexões, calçados, encapamento de cabos elétricos, equipamentos médicos-cirúrgicos, esquadrias e revestimentos.
 <b>PEBD</b> Polietileno de Baixa Densidade	Embalagens de alimentos, sacos industriais, sacos para lixo, lonas agrícolas, filmes flexíveis para embalagens e rótulos de brinquedos.
 <b>PP</b> Polipropileno	Embalagens de massas e biscoitos, potes de margarina, seringas descartáveis, equipamentos médicos-cirúrgicos, fibras e fios têxteis, utilidades domésticas, autopeças.
 <b>PS</b> Poliestireno	Copos descartáveis, placas isolantes, aparelhos de som e TV, embalagem de alimentos, revestimento de geladeiras e material escolar;
 <b>outros</b>	Plásticos especiais e de engenharia, CDs, eletrodomésticos, corpos de computadores;
<b>TERMORRÍGIDOS</b>	
PU – Poliuretano EVA de Vinil – Poliacetato Etileno	Solados de calçados, interruptores, peças industriais elétricas, peças para banheiro, pratos, travessas, cinzeiros, telefones e etc.

Fonte: (RODA, 2013).

E dentre os termoplásticos, o polipropileno (PP) se tornou um dos mais importantes, e continua em ascensão devido à sua versatilidade de processamento e ótimas propriedades mecânicas, aliado ao baixo custo quando comparado aos outros polímeros de aplicação tecnológica. Hoje em dia o polipropileno é o terceiro termoplástico mais vendido no mundo abaixo do PEBD (polietileno de baixa densidade) e do PVC (policloreto de vinila), por outro lado, o polipropileno hoje se coloca ao lado do ABS (Acrilonitrila-Butadieno-Estireno), ou seja, em uma zona de transição entre os plásticos de grande consumo e os plásticos de engenharia (existem estimativas que consideram que  $\frac{1}{4}$  do consumo do polipropileno são para aplicações técnicas).

A matriz polimérica adotada neste trabalho foi o polipropileno, que é um plástico resultante da polimerização de um único monômero. A polimerização consiste num processo de unir monômeros de propeno, através de um catalisador Ziegler–Natta, (nome que trás em sua origem o nome de seus pesquisadores e ganhadores do Prêmio Nobel de Química de 1963) Karl Ziegler e Giulio Natta objetivando a formação de cadeias longas. O catalisador por sua vez tem por finalidade controlar a posição do grupo metila na cadeia polimérica de forma ordenada (CARLOS, 2013). O PP apresenta densidade entre 0,89 a 0,93 g/cm<sup>3</sup>, boa resistência ao impacto e tensão à tração na ruptura (alongação na ruptura), resiste bem em meios ácidos, alcalinos e a muitos solventes orgânicos. A Tabela 3 evidencia algumas propriedades do PP.

Tabela 3 - Propriedades do PP

PROPRIEDADES	VALOR
Densidade (g/cm <sup>3</sup> ) <b>Adotado para este trabalho: 0,905 g/cm<sup>3</sup></b>	0,89 – 0,93
Índice de Fluidez (Viscosidade) (g/10min.) <b>Adotado para este trabalho: 3,5 g/10min a Temp. de 280°C</b>	0,27 – 50
Tensão de Ruptura (MPa)	25 – 40
Alongamento na Ruptura (%)	1,5 – 600
Dureza Rockwell ( HR) <b>Adotado para este trabalho: 99HR</b>	80 – 110
Resistência ao Impacto: Notch Izod ( J/m)	5,3 – 100
Absorção de água / 24horas (%)	0,01 – 0,03
Coeficiente de fricção	0,1 – 0,3
Resistência a Tração no Escoamento <b>Adotado para este trabalho: 35 Mpa</b>	35 MPa
Temperatura de Deflexão Térmica em °C	98

(BRASKEM, 2014)

Neste trabalho usou-se como matriz polimérica um homopolímero H503, desenvolvido pela Braskem, que consiste numa resina de Polipropileno de baixo índice de fluidez, aditivada para uso geral e indicado para moldagem por injeção, rafia, filmes bi orientados e extrusão geral. O H503 apresenta excelente processabilidade com boa estabilidade do fundido, bom balanço rigidez/impacto e baixa transferência de odor e sabor.

Atualmente, o polipropileno tem sido utilizado como matriz para a obtenção de compósitos reforçados com diversas fibras naturais: eucalipto/ PP (GRAUPNER et al., 2014), abacaxi e sisal (CORREIA, 2011), fibra de curaua (MANO et al., 2010), sisal/PP (JEENCHAM et al., 2014), bagaço e palha de cana/PP ( LUZ, 2008), fibra de palmeira real (MARA, 2014; OLIVEIRA et al., 2014), reforço com fibras naturais (NUTHONG et al., 2013), fibra de coco verde/PEBD (OLIVEIRA et al., 2010), resíduos agrícolas/PE (OTTOBONI, 2011), fibras de coton/PE (PRACHAYAWARAKORN e POMDAGE, 2014), fibras de sisal-juta-vidro/poliéster

(RAMESH et al., 2013), partículas de madeira/PEBD + Agente (REDIGHIERI, 2006), fibra polimérica reforçada com óleo de mamona (REIS, 2014), fibras lignocelulósicas (SATYANARAYANA, 2009), celulose fibers (THAKUR, 2014), juta/PP (GEJO et al., 2013), rubber/polypropylene (ZULKIFLI et al., 2002), moroccan hemp fibers / polypropylene (ELKHAOULANI, et al 2013 et al., 2013), natural fibers (ARRAKHIZ et al, 2013), lã/PP (CONZATTI et al., 2014), fibra de madeira e algodão (SAM-JUNG et al, 2008), pinus (serragem) / PP (TROMBETTA, 2010), óleo de palma, PLA/PP (ABDULLAH et al.,2013), fibra da casca do coco verde e bagaço de cana de açúcar (BENINI, 2011), fibra de madeira (DAÍ, 2014), fibre/ PP+agente (EL-SABBAGH, 2014), e outras (LUKAS; REINHOLD; ANDREAS, 2012).

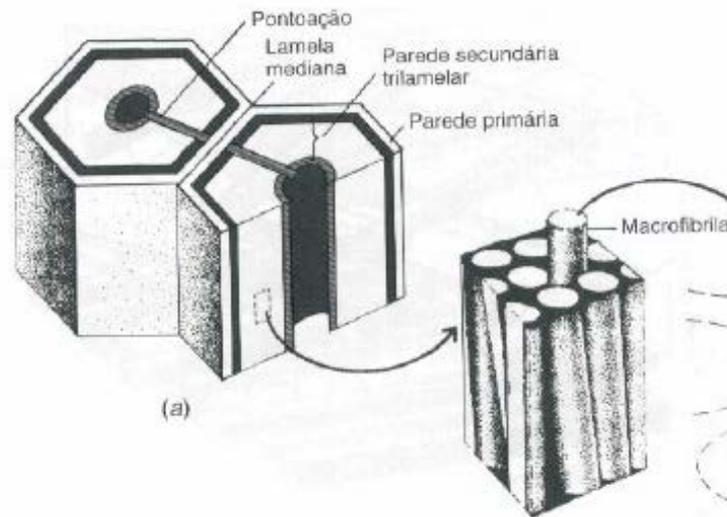
### **2.3 Reforço**

Os compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais teve um crescente desenvolvimento nos últimos anos, pois são muito atrativos devido à facilidade de processamento. Esses compósitos carregados com fibras naturais apresentam muitas vantagens, como aumento da resistência ao calor, redução de custo, aumento da rigidez, alteração das propriedades elétricas, modificação da massa específica e aumento da resistência ao impacto (MARINUCCI, 2011). No entanto, existem algumas variáveis da fibra que afetam significativamente as propriedades mecânicas de plásticos reforçados, como tipo de fibra, comprimento médio das fibras, orientação da fibra e anisotropia, interface fibra-matriz e dispersão das fibras (ELKHAOULANI et al., 2013).

Diversas fibras naturais tais como piaçava, madeira, sisal, banana, algodão, bagaço de cana-de-açúcar, abacaxi, coco e juta têm sido utilizadas como reforços em materiais compósitos, as quais são constituídas principalmente por celulose, hemicelulose e lignina e são fibras de grande importância comercial (LEVY; PARDINI, 2006), (MILÉO et al., 2010).

Segundo (SILVA et al., 2009), cada fibra é composta de um lúmen central, responsável pelo transporte de água e nutrientes a planta e ao redor deste existem camadas denominadas fibrilas e microfibrilas, conforme evidenciado na Figura 3.

Figura 3 - Desenho esquemático da estrutura da parede da célula vegetal



Fonte: (RAVEN et al., 2001)

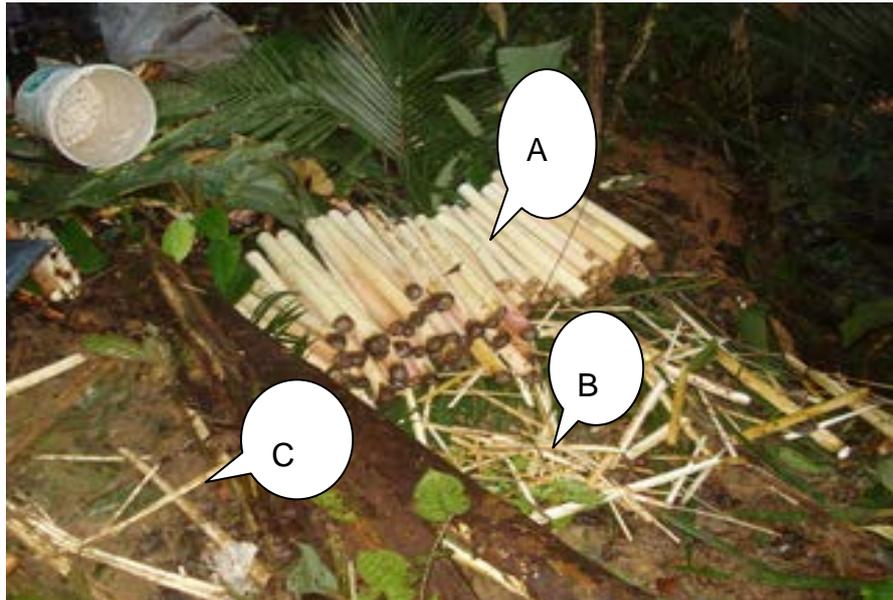
O reforço utilizado neste trabalho foi proveniente da Fibra da Palmeira Real Australiana (FPRA), que é também conhecida pela extração e comercialização do palmito. A extração ocorre num período médio de um quadriênio, para a palmeira real australiana, e de até oito anos, para as nativas como a juçara. De cada planta de palmito colhida, extrai-se cerca de 400 g de palmito comercial, gerando-se aproximadamente 13 kg de resíduos que incluem estipe, folhas e bainhas. Parte deste material permanece no local da colheita ou do processamento, sem nenhuma finalidade prática, gerando cerca de 20 toneladas por semana de “lixo”, conforme dados da empresa Natusol (FERMINO et al., 2010).

A *Archontophoenix alexandrae*, vulgarmente conhecida por palmeira real, é uma espécie da família Aracaceae originária da Austrália, região tropical com altitude abaixo de 1100 m. O clima ideal para cultivo dessa espécie é o quente e úmido e ela se adapta a vários tipos de solo, como os muitos arenosos ou com alto teor de argila, além de tolerar baixo pH do solo (RIBEIRO, 1996).

A agroindústria brasileira do palmito é responsável pela maior produção mundial de palmito envasado, gerando como consequência, toneladas de resíduos no meio ambiente. O processo de extração do palmito se dá pelo corte da palmeira, na qual somente a bainha interna é utilizada para o consumo. O restante composto por caule (estipe), folíolos e bainhas externas e internas são descartados tornando-se um passivo ambiental (MULINARI, 2009).

A Figura 4 evidencia o quantitativo de folhas e bainhas das folhas descartadas da fibra da palmeira real australiana.

Figura 4 - Resíduos estipes (A); bainhas externas e internas (B) e segmento foliar (C) da *Archontophoenix alexandrae*, descartados no campo.



Fonte: (JORNAL CRUZEIRO DO SUL, 2013)

## 2.4 Tratamento das fibras

A interface fibra/matriz é responsável pela junção de dois materiais que irão constituir a estrutura do compósito polimérico, pois, é nesta região que ocorre a transferência de esforços mecânicos por meio do carregamento da matriz para o reforço. No entanto, o insucesso desta união poderá ser justificado pela:

- Falha na adesão ocasionando uma fratura na região interfacial, entre a fibra e a matriz;
- Falha coesiva, resultando em fratura da resina polimérica próximo da região interfacial;
- Falha coesiva, resultando em fratura da fibra (reforço) próximo da região interfacial (MARINUCCI, 2011).

A molhabilidade e a adesividade irão interferir na interação entre os componentes presentes na região interfacial. Estes fatores são interdependentes, pois, se não houver área suficiente de contato entre os componentes será difícil assegurar boa adesividade entre as fases. A molhabilidade de uma superfície pela outra depende por sua vez da energia superficial destas e da área superficial de contato (MULINARI, 2009).

A boa adesividade entre as fases na interface fibra/matriz pode garantir aos elementos de reforço uma eficiência nos resultados provenientes do carregamento, a ponto de que o compósito suporte as cargas de tração e de cisalhamento numa possível aplicação sem oferecer falhas que comprometam sua microestrutura. Espera-se também que quando na interface há uma boa adesão a matriz apresente uma redução de esforços significativa em sua matéria (arrancamento “*pull out*”) e que haja um aumento de esforço na fibra (reforço). Logo seria um erro prever que uma boa adesão garanta também um aumento na resistência do compósito, pois, a rigidez está correlacionada ao módulo de elasticidade que confere a deformação que o material estará sujeito. Acredita-se que à medida que o módulo de elasticidade ( $E$ ) aumente a deformação ( $\epsilon$ ) diminua (MARINUCCI, 2011).

Outra possibilidade para a promoção de uma melhor adesão na região interfacial é a utilização de um agente compatibilizante que se torna uma alternativa para resinas poliméricas. A utilização de agentes compatibilizantes tem grandes aplicações principalmente na forma de blendas poliméricas, buscando a compatibilização de dois componentes a serem misturados às quais confirmam ao produto final melhores características e estabilidade morfológica podendo atingir uma redução em até 40% a espessura do filme (MARINUCCI, 2011).

O agente compatibilizante, ou também conhecido com agente interfacial, atua fortemente na compatibilização de resinas e compósitos, esta substância possui estrutura cabeça-cauda, sendo a cabeça com afinidade polar (possui grupos fortemente polares) e a cauda com afinidade apolar (grande estrutura apolar). Com esta estrutura química é possível aumentar a compatibilidade entre fibras naturais e resinas apolares ( LEVY; PARDINI, 2006).

## **2.5 Processamento dos compósitos**

O processamento de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais exige condições específicas. Um fator importante a ser considerado é que as fibras naturais têm estrutura essencialmente hidrofílica incompatível com matrizes termoplásticas hidrofóbicas, o que poderá ocasionar aglomerados de fibras que prejudicarão as propriedades do compósito. Adicionalmente, acima de 160 °C e na presença de oxigênio, as fibras podem sofrer termo oxidação levando ao escurecimento (BENINI, 2011).

O uso de fibras naturais para obtenção de compósitos poliméricos exige condições de processamento bem peculiares, certo de que no decorrer do processo, os materiais estão submetidos a variações de temperatura, a esforços mecânicos e exposição ao oxigênio (CASTRO, 2010).

Neste trabalho foi usado um misturador termocinético de alta intensidade que permite uma distribuição homogênea das fibras naturais dentro da matriz. No misturador termocinético a fonte de aquecimento é gerada pela alta rotação das palhetas, fazendo com que o material fique em atrito entre as palhetas e as paredes da cápsula de mistura (MULINARI, 2009).

## **2.6 Propriedades mecânicas**

O estudo sobre o comportamento mecânico de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais é de extrema importância e interesse científico e tecnológico, pois as características sinérgicas dos materiais dependem das características iniciais do reforço, adesão fibra/matriz, fração volumétrica, razão de aspecto das fibras e orientação.

As frações volumétricas das fibras devem ser estudadas, pois há uma faixa mínima e máxima que irá influenciar no reforço, o qual poderá aumentar as propriedades mecânicas. No entanto, um alto carregamento de reforço pode favorecer a aglomeração de fibras e a baixa dispersão da matriz (SANTOS, 2006).

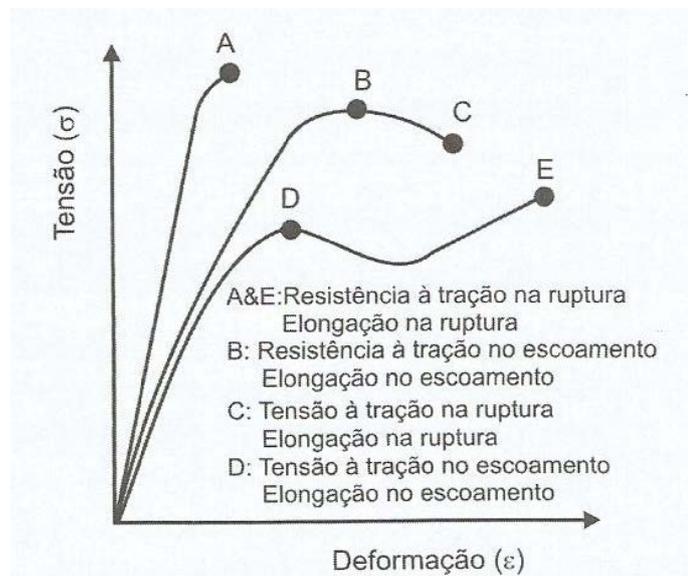
A determinação das propriedades mecânicas permite avaliar o potencial que o material oferece quando comparado aos demais existentes no mercado e qualifica-lo para suas aplicações diversas. Os ensaios se classificam em:

- Destrutivos: Provocam a inutilização parcial ou total da peça. Os ensaios de tração, dureza, flexão, fadiga, torção e fluência são exemplos de ensaios destrutivos.
- Não-Destrutivos: São aqueles que não comprometem sua integridade física, como nos ensaios de Raio X (RX), Ultrassom, Partículas magnéticas e Líquidos penetrantes.

Entre os ensaios destrutivos (ED) o mais comum é o ensaio de tração. A realização do ensaio de tração é bem simples e rápida, além de fornecer informações importantes e primordiais para o projeto e a fabricação de peças e componentes. Nos ensaios de tração, os corpos de prova são fixados em dispositivos chamados de garras. As garras são acopladas à travessa fixa e móvel da Máquina Universal de Ensaios. A taxa de deformação de tração é controlada pelo mecanismo de direcionamento, enquanto a tensão de tração sustentada pela amostra e registrada pela célula de carga, ambos acoplados à travessa fixa (MARINUCCI, 2011).

Os principais parâmetros mecânicos medidos ou calculados através dos ensaios de tração são resistência à tração, alongamento e módulo de elasticidade. A resistência à tração é avaliada pela carga aplicada por unidade de área no momento da ruptura. O alongamento representa aumento percentual do comprimento da peça sob tração, no momento da ruptura. Quando um corpo de prova é submetido a um ensaio de tração, a máquina de ensaio fornece um gráfico que mostra as relações entre a força aplicada e as deformações ocorridas durante o ensaio, o qual é conhecido como gráfico tensão-deformação (Figura 5). O módulo de elasticidade ou módulo de Young é medido pela razão entre a tensão e a deformação, dentro do limite elástico, em que a deformação é totalmente reversível e proporcional à tensão. Os ensaios de tração são feitos de acordo com o método ASTM D 638-03.

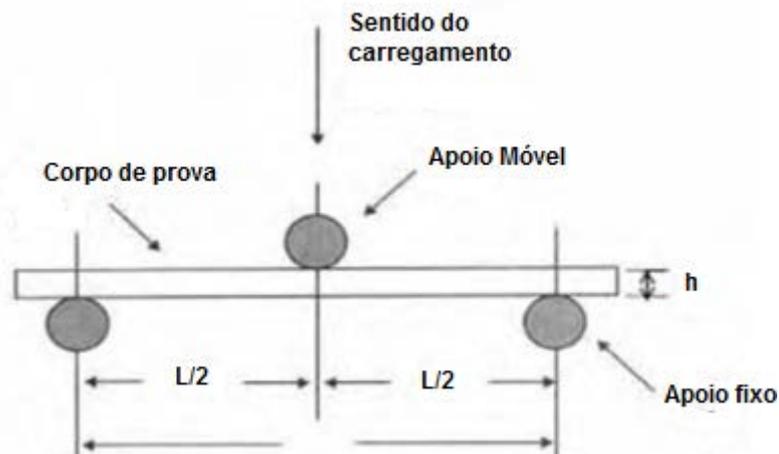
Figura 5 - Designação dos parâmetros no ensaio de tração



Fonte: (CANEVAROLO, 2004)

Outro ensaio utilizado em materiais compósitos é o ensaio de flexão, o qual apresenta grande similaridade com o ensaio de cisalhamento interlaminar e consiste em posicionar o corpo de prova sobre dois apoios e aplicar uma carga sobre o ponto central (Figura 6). As propriedades mais interessantes a serem observadas são a resistência à flexão e o módulo de elasticidade em flexão, o qual é encontrado da mesma forma que no ensaio de tração, calculando-se a razão entre tensão e a deformação dentro do momento elástico do ensaio. (CALLISTER Jr., 2006), (MARINUCCI; GERSON, 2011). Os ensaios são descritos nas normas ASTM D790.

Figura 6 - Representação esquemática do dispositivo de ensaio de flexão em três pontos



Fonte: (CANEVAROLO Jr., 2006)

## 2.7 Morfologia e distribuição das fibras na matriz

Segundo Santos (2006) e Mulinari (2009), a distribuição e o comprimento de fibras na matriz é um parâmetro muito importante a ser determinado, pois o comprimento das fibras pode alterar significativamente o desempenho mecânico, bem como outras propriedades do compósito.

Nos compósitos poliméricos reforçados com fibras descontínuas, o carregamento na fibra é função de seu comprimento, sendo que seus extremos são pontos concentradores de tensão, que induzem tensões cisalhantes na interface. Além disso, alguns dos possíveis danos nos compósitos estão associados à falha da ligação entre fibra e matriz e quebra da fibra. Então para avaliar esses parâmetros, as técnicas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) são as mais adequadas.

A técnica de MEV é usada para avaliar a adesão entre fibra e matriz da superfície fraturada dos compósitos, sendo geralmente utilizada para o estudo de estruturas subsuperficiais ou superficiais de amostras com dimensões relativamente grandes, obtendo imagens com foco a uma profundidade de até 5  $\mu\text{m}$ . A microscopia óptica (MO) é uma técnica que fornece informações sobre aspectos como o comprimento e a distribuição das fibras na matriz.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia desenvolvida para o cumprimento dos objetivos propostos neste trabalho foi otimizada e realizada para avaliar a viabilidade técnico-científica da proposta.

#### 3.1 Materiais

Para a confecção do compósito foram utilizadas fibras provenientes da palmeira real australiana, polipropileno (PP) e polipropileno grafitizado com anidrido maleico (PP-g-MA). A fibra da palmeira real australiana utilizada no projeto foi gentilmente fornecida pela Biosolvit, localizada em Barra Mansa – RJ. Primeiramente as fibras foram cortadas, secas em estufa a 60 °C, por um tempo de 2h, até obter um peso constante, em seguida foram processadas em peneiras de 10, 20 e 40 mesh (Figura 7).

Figura 7 - Fibras trituradas e peneiradas



Figura A – Peneira 10 mesh



Figura B – Peneira 40 mesh



Figura C – Conjunto de peneiras



Figura D – Fibra da palmeira

Fonte: O autor, 2015.

O polipropileno utilizado neste trabalho foi fornecido pela BRASKEM. O PP utilizado em pellets foi o homopolímero H503, indicado para peças injetadas que possui elevada rigidez, excelente resistência ao impacto e boa estabilidade dimensional, segundo o fabricante. O polipropileno graftizado com anidrido maleico (PP-g-MA) foi fornecido pela empresa Epolene.

### **3.2 Análise das fibras**

Para avaliar as propriedades físicas, químicas e morfológicas das fibras provenientes da palmeira real australiana, as mesmas foram caracterizadas pelas técnicas de Difractometria de Raios X (DRX), Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia de infravermelho (FTIR). As fibras da palmeira também foram caracterizadas quimicamente empregando a mesma metodologia analítica da fibra proveniente do bagaço de cana desenvolvida por Rocha et al. (1997) e validada por Gouveia et al. (2009).

#### **3.2.1 Difractometria de Raios X (DRX)**

Os difratogramas de Raios X das fibras da palmeira real australiana in natura foram obtidos para determinar o tipo de estrutura física, ou seja, os parâmetros de redes e os espaçamentos interplanares da rede cristalina do material, permitindo identificá-lo mediante comparação com estruturas cristalinas já conhecidas, determinando se o material é amorfo ou cristalino.

Os difratogramas foram obtidos em um difratômetro de Raios X da marca Shimadzu modelo XDR-6000, disponível no Departamento de Engenharia de Materiais da EEL/USP, com fonte de radiação  $\text{CuK}\alpha$ , voltagem de 40 kV, corrente de 40 mA, varredura 0,05 ( $2\theta/5\text{s}$ ) para valores de  $2\theta$  entre 10 e 45°.

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

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

Na qual:

$I_c$  → Índice de cristalinidade em porcentagem;

$I_{(002)}$  → Pico de intensidade de difração que representa o material cristalino perto de  $2\theta = 22^\circ$ ;

$I_{(am)}$  → Pico de intensidade da difração que representa o material amorfo perto de  $2\theta = 16^\circ$ .

### 3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura HITACHI, disponível no laboratório de caracterização de materiais do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA), a fim de obter informações quanto à morfologia das fibras. As amostras foram fixadas em um suporte com auxílio de uma fita de carbono autocolante duplas face e submetidas ao recobrimento metálico com ouro.

### 3.2.3 Espectroscopia de Infravermelho (FTIR)

Para avaliar e identificar as vibrações e estiramentos das ligações efetivas das fibras foi realizado uma análise de espectroscopia de infravermelho. As análises foram realizadas em um espectrofotômetro da marca Spectrun modelo GX Perkin Elmer, disponível no Departamento de Biotecnologia da Escola de Engenharia de Lorena/USP.

### 3.2.4 Caracterização Química

#### 3.2.4.1 Determinação de carboidratos e ácidos orgânicos por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE).

Os hidrolisados obtidos foram analisados no laboratório da escola de Engenharia de Lorena (EEL-USP), por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE), utilizando uma coluna Aminex HPX-87H (300 x 7,8 mm, BioRad Laboratories Ltd) em um cromatógrafo Shimadzu LC-10AD. Como fase móvel foi empregado  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,005 mol.L<sup>-1</sup> com fluxo de 0,6 mL.min<sup>-1</sup>, a 45°C. Os compostos foram monitorados com um detector de índice de refração Shimadzu RID-6 A, sendo os compostos fenólicos presentes nas amostras removidos por cartuchos de extração sólida Sep-Pak C18 (Waters). Os cromatogramas das amostras foram comparados com o padrão dos açúcares e ácidos orgânicos a serem analisados. A quantificação foi feita através de curvas de calibração de cada composto.

#### 3.2.4.2 Determinação de lignina insolúvel em ácido

O material insolúvel retido no papel de filtro proveniente da etapa de hidrólise ácida para caracterização química foi lavado com aproximadamente 1,5 L de água destilada, para remoção de ácido residual (até pH próximo de 7), e seco em estufa à temperatura de 105 °C até massa constante. A porcentagem de lignina insolúvel em meio ácido foi calculada em relação à massa de material lignocelulósico seco descontando-se a massa de cinzas presentes na lignina, de acordo com a Equação 2.

$$\% L_{ki} = \frac{M_k - M_c}{M_A} \times 100 \quad (2)$$

$L_{ki}$  - Lignina Klason insolúvel;  $M_k$  - massa de lignina insolúvel seca;  $M_c$  - massa de cinzas;  $M_A$  - massa da amostra seca.

### 3.2.4.3 Determinação do teor de cinzas

Os materiais resultantes da etapa de determinação de lignina insolúvel foram colocados em cadinhos de porcelana previamente calcinados e tarados. Em seguida, esses materiais foram calcinados, inicialmente a 400 °C e depois por mais 2h a 800 °C. Após a calcinação, os cadinhos foram resfriados em dessecador e a massa de cinzas determinada. A massa real de lignina Klason foi calculada descontando-se a massa de cinzas conforme a Equação 3.

$$\% \text{ cinzas} = \frac{M_c}{M_A} \times 100 \quad (3)$$

onde: % cinzas - percentual em massa de cinzas;

$M_c$  - massa de cinzas (diferença entre a massa do cadinho com cinzas e a massa do cadinho vazio);

$M_A$  - massa da amostra base seca.

### 3.2.4.4 Determinação da lignina solúvel

A quantidade de lignina solúvel foi analisada no laboratório da escola de Engenharia de Lorena (EEL-USP), onde foi determinada pela medida de absorbância a 280 nm em um espectrofotômetro UV-visível Perkin Elmer modelo Lambda 25. Uma alíquota de 5 mL do hidrolisado obtido da etapa de hidrólise ácida para caracterização química dos materiais lignocelulósicos foi transferida para um balão volumétrico de 100 mL, juntamente com 50 mL de água destilada e 2 mL de NaOH 6,5 N (pH final próximo a 12). Após agitação, completou-se o volume com água destilada e essa mistura resultante foi analisada no espectrofotômetro. A Equação 4 abaixo foi utilizada para determinar a concentração de lignina solúvel no hidrolisado:

$$C_{lig} = \frac{(A_{280nm} - \epsilon_{HMF} \cdot C_{HMF} - \epsilon_{Furf} \cdot C_{Furf})}{A} \quad (4)$$

Onde:  $C_{Lig}$ : Concentração de lignina solúvel no hidrolisado (g/L);

$A_{280nm}$ : Absorbância do hidrolisado em 280 nm;

$\epsilon_{HMF}$ : Absortividade do hidroximetilfurfural (114 L.g<sup>-1</sup>);

$\epsilon_{Furf}$ : Absortividade do furfural (146,85 L.g<sup>-1</sup>);

$C_{HMF}$ : Concentração de hidroximetilfurfural no hidrolisado (g/L);

$C_{Furf}$ : Concentração de furfural no hidrolisado (g/L);

A: Absortividade da lignina para o bagaço de cana-de-açúcar (19,6 L/g) (ROCHA et al., 1997).

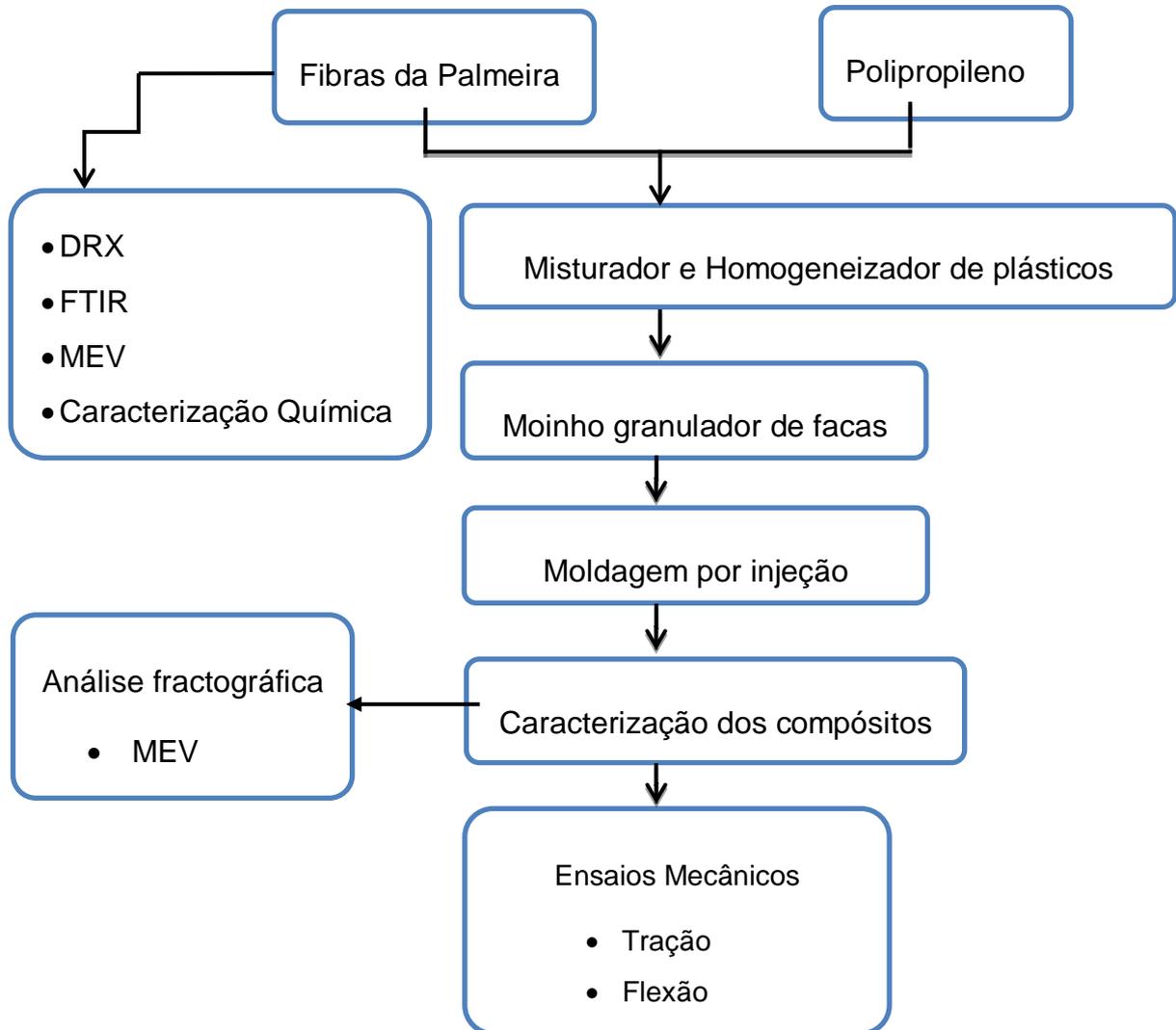
#### 3.2.4.5 Determinação de furfural e hidroximetilfurfural

Furfural e hidroximetilfurfural foram determinados nos laboratórios da escola de engenharia de Lorena, por CLAE, em uma coluna LiChrospher 100 RP-18 (5 $\mu$ m) de 125 x 4 mm (Hewlett-Packard), utilizando-se acetonitrila/água 1:8 (v/v) com 1% ácido acético como fase móvel, a uma vazão de 0,8 mL.min<sup>-1</sup> a 25 °C. O hidrolisado obtido foi previamente diluído com água na razão de 1:100, filtrado em membrana de diâmetro de poro de 0,45  $\mu$ m (Millipore), e injetado com uma válvula Rheodyne equipada com alça de injeção de 20  $\mu$ L. Os compostos foram detectados a 276  $\mu$ m, em um detector UV/Visível Shimadzu SPD-10. As concentrações de furfural e hidrometilfurfural foram determinadas a partir de curvas de calibração obtidas com os compostos puros.

### 3.3 Obtenção dos compósitos

Os compósitos (5 e 10% em massa de reforço) foram obtidos em um homogeneizador para plásticos (Dryser). O processo completo de obtenção dos compósitos foi feito conforme mostrado no fluxograma da Figura 8.

Figura 8 - Fluxograma empregado na metodologia deste trabalho.



Fonte: O autor, 2015.

Inicialmente, o reforço e a matriz previamente secos foram misturados em um homogeneizador de plásticos “Dryser” da MH Equipamentos (modelo MH-50H), com rotação das palhetas próxima de 30 rotações por minuto (rpm), disponível no Laboratório de Processamento de Materiais do UniFOA (Figura 9).

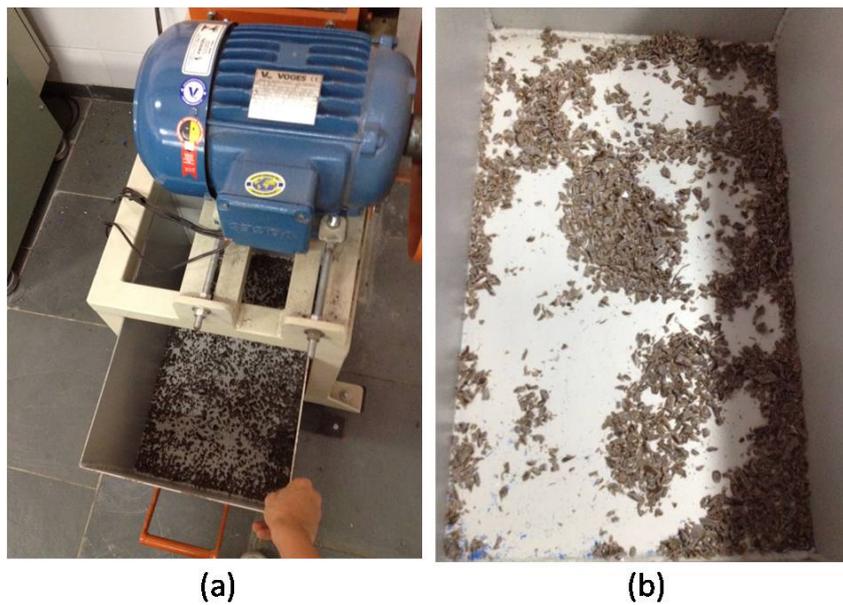
Figura 9 - Homogeneizador (a) e detalhe da cápsula de mistura (b).



Fonte: O autor, 2015.

O material obtido foi moído em moinho granulador de facas (Figura 10) e injetados em molde contendo cavidades com dimensões específicas para ensaios mecânicos, utilizando uma injetora RAY RAM - modelo TSMP (Figura 11), disponível no Laboratório de Processamento de Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda.

Figura 10 - Moinho granulador (a); composto moído (b).



Fonte: O autor, 2015.

Figura 11 - Máquina Injetora



Fonte: O autor, 2015.

Os compósitos foram obtidos com diferentes proporções de fibras como relacionados na Tabela 3. E como muitos pesquisadores tem investigado a influência do agente compatibilizante nas propriedades mecânicas dos compósitos reforçados com diferentes fibras naturais, neste trabalho também foi verificado a influência do PP-g-MA como agente compatibilizante nas propriedades mecânicas dos compósitos.

Tabela 3 - Descrição dos compósitos de PP reforçados com diferentes proporções de fibras e do PP puro

<b>Materiais</b>	<b>Quantidade de reforço (% m/m)</b>	<b>Quantidade de PP (% m/m)</b>	<b>Quantidade de PP-g-MA (% m/m)</b>
PP puro	---	100	---
CP5%	5	95	---
CP10%	10	90	---
CPA5%	5	90	5
CPA10%	10	85	5

CP (compósitos PP reforçados com fibras da palmeira *in natura*); CPA (compósitos PP reforçados com fibras da palmeira *in natura* e PP-g-MA).

Fonte: O autor, 2015.

### 3.4 Ensaios Mecânicos dos Materiais Compósitos

#### 3.4.1 Tração

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do UniFOA, em um equipamento da marca EMIC (Figura 12), com célula de carga de 5 kN a uma velocidade de  $3 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . Para cada compósito avaliado, foram ensaiados cinco corpos de prova com dimensões de acordo com a norma ASTM D 638 – 03 com 13 mm de largura, 165 mm de comprimento e 3 mm de espessura. As propriedades mecânicas de resistência à tração, alongamento e módulo de elasticidade em tração foram avaliadas.

Figura 12 - Máquina de ensaios Mecânicos EMIC - Ensaio de Tração



Fonte: O autor, 2015.

#### 3.4.2 Flexão

Nos ensaios de flexão foi utilizado também um equipamento da marca EMIC (Figura 13), disponível no Laboratório de Ensaios Mecânicos do UniFOA. Foram analisados cinco corpos de prova, com dimensões de acordo com a norma ASTM D 790 – 03 com 13 mm de largura, 130 mm de comprimento e 6 mm de espessura. Foram avaliadas também as propriedades mecânicas de resistência à flexão e módulo de elasticidade em flexão.

Figura 13 - Dispositivo usado para o ensaio de flexão.



Fonte: O autor, 2015.

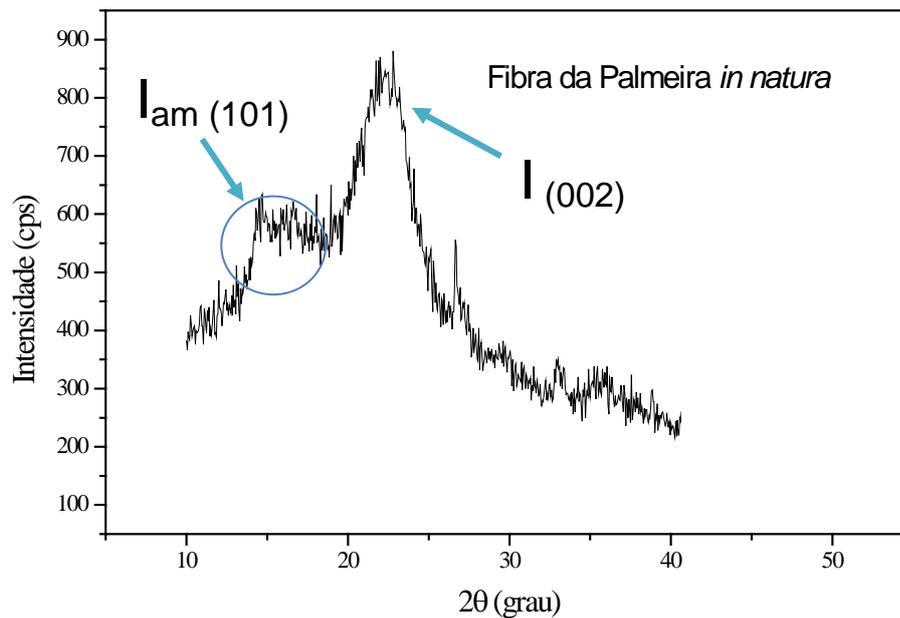
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Análise das Fibras

#### 4.1.1 Difratometria de Raios X (DRX)

O difratograma de Raios X das fibras da palmeira *in natura* (Figura 14) apresenta comportamento típico de estrutura semicristalina, o qual evidencia dois picos bem definidos referentes às fases amorfa e cristalina dos materiais. O pico de menor intensidade ( $I_{am101}$ ) é referente à fase amorfa e se encontra próximo de  $2\theta = 16^\circ$ , já, o pico mais elevado ( $I_{002}$ ) está relacionado à fração cristalina e está próximo de  $2\theta = 22^\circ$  (OLIVEIRA; MARQUES; MERAT, 2013).

Figura 14 - Difrátograma de Raios X das fibras da palmeira *in natura*.



Fonte: O autor, 2015.

O índice de cristalinidade obtido das fibras está apresentado na Tabela 4.

Tabela 4 - Índice de cristalinidade das fibras da palmeira *in natura*

MATERIAL	$I_{am}$	$I_{(002)}$	$I_c$
FIBRA <i>IN NATURA</i>	615,1	854,9	28%

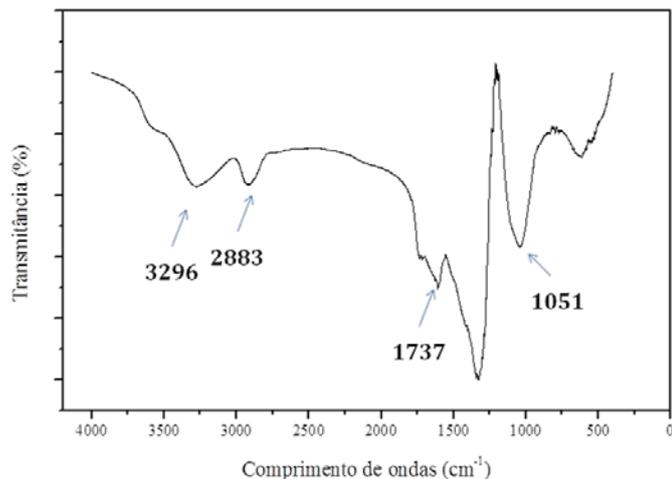
Fonte: O autor, 2015.

Analisando o índice de cristalinidade obtida das fibras observou-se um valor inferior quando comparados a outras fibras, tais como, fibras do coco verde e fibras do bagaço de cana (BENINI, 2011). Esse fato ocorreu devido à presença de extrativos na superfície das fibras. A técnica de microscopia eletrônica de varredura e caracterização química evidencia a presença de extrativos.

#### 4.1.2 Espectroscopia de Infravermelho (FTIR)

Os espectros obtidos na região do infravermelho das fibras da palmeira possibilitam observar as principais vibrações (Figura 15)

Figura 15 - FTIR das fibras da palmeira *in natura*.



Fonte: O autor, 2015.

As principais bandas observadas nos espectros de FTIR dos materiais lignocelulósicos, em geral, são resumidas na Tabela 5, em concordância com a literatura (MARINUCCI, 2011).

Tabela 5 - Principais vibrações na região do FTIR observadas nos materiais lignocelulósicos.

Número de onda (cm <sup>-1</sup> )	Vibrações	Fonte
3300	Grupos O-H	Polissacarídeos
2885	C-H estiramento simétrico	Polissacarídeos
1607 – 1510	C-C anéis aromáticos	Lignina
1166 – 1157	C-O alcoóis primário	Celulose
1110	O-H	Hemicelulose

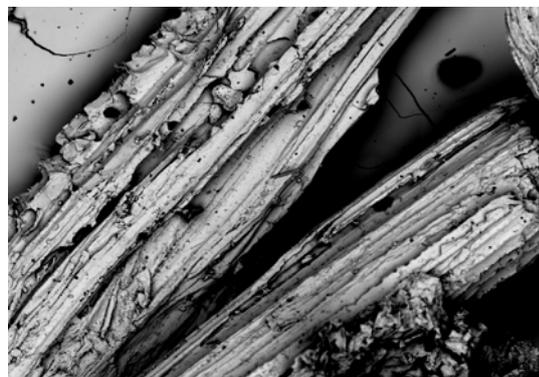
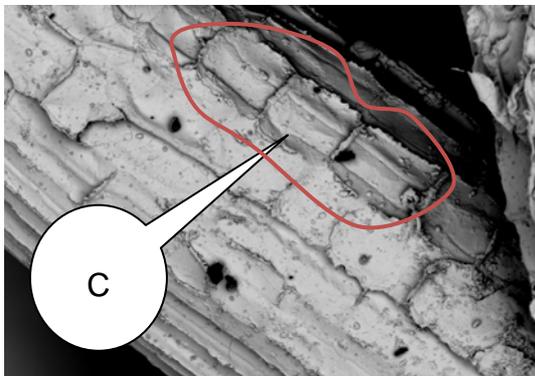
Fonte: O autor, 2015.

Analisando os espectros das fibras da palmeira (Figura 15) foi possível identificar uma banda de absorção entre 3300 e 3800 cm<sup>-1</sup> que representa a deformação axial da ligação O-H presente nos polissacarídeos, o qual apresentou um decréscimo na intensidade quando comparada às fibras de bagaço de cana e coco verde (BENINI, 2011). Ao reduzirmos os grupos OH, reduz-se a polaridade da fibra e melhora a interação desta com o polipropileno apolar (OLIVEIRA; MARQUES; MERAT, 2013).

#### 4.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A técnica de microscopia eletrônica de varredura teve por objetivo determinar as características das fibras quanto à morfologia e ao aspecto superficial. As micrografias das fibras da palmeira *in natura* evidenciaram fragmentos achatados (A) e cilíndricos (B) dispostos de forma ordenada, os quais apresentaram uma superfície porosa (C) e homogênea devido à presença de pouco extrativos (D), assemelhando-se a uma cera, que ainda estão presentes nas fibras, além dos constituintes amorfos como a lignina e a hemicelulose (Figura 16).

Figura 16 - MEV das fibras da palmeira *in natura*.



Fonte: O autor, 2015.

#### 4.1.4 Caracterização Química

Os materiais lignocelulósicos são compostos por lignina, celulose e hemicelulose, além de extrativos, ceras e cinzas. A quantidade de cada um destes componentes presentes nas fibras varia de acordo com o tipo de fibra, além do tempo de maturação da planta e do solo onde foi cultivada (BENINI, 2011).

A celulose, hemicelulose e lignina são responsáveis pelas características de comportamento mecânico desses materiais. Desta forma, é fundamental determinar a quantidade de cada um desses componentes presentes nas fibras (MULINARI, 2009).

Os resultados da caracterização química das fibras da palmeira (Tabela 4.3) evidenciam elevados teores de celulose nas fibras, o que favorecerá o aumento na resistência dos compósitos, pois dentre os materiais lignocelulósicos a celulose apresenta o maior módulo de Young (MULINARI, 2009, LUZ, 2008).

Tabela 6 - Caracterização química das fibras da palmeira *in natura*.

<b>COMPONENTES</b>	<b>FIBRA <i>IN NATURA</i></b>
CELULOSE (%)	52 %
HEMICELULOSE (%)	24 %
LIGNINA TOTAL (%)	21,7%
CINZAS (%)	2,3%
TOTAL (%)	100%

Fonte: O autor, 2015.

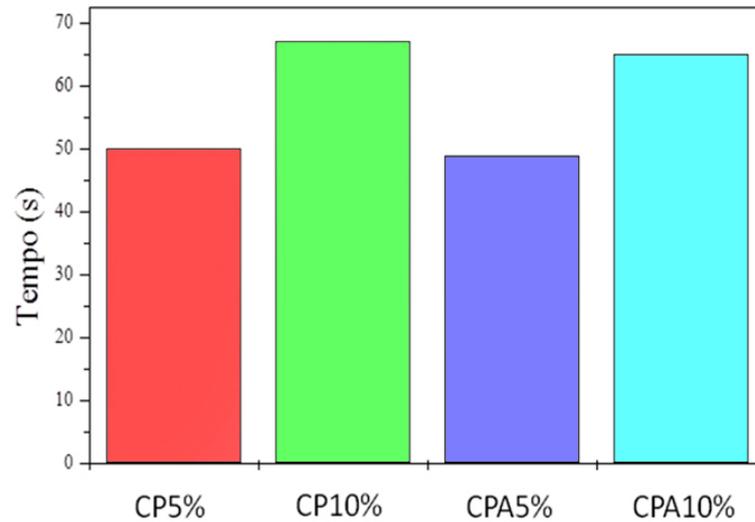
## 4.2 Obtenção dos Compósitos

Os compósitos foram obtidos em tempos de mistura diferentes, devido à composição das fibras. Essa diferença no tempo de mistura pode causar a quebra e a degradação térmica das fibras, e consequentemente afetar as propriedades térmicas e mecânicas dos compósitos (MULINARI, 2009).

A Figura 17 mostra as curvas de tempo de mistura dos compósitos em função da quantidade de reforço em % (m/m).

#### 4.2.1 Tempo de Mistura

Figura 17 - Tempo de mistura dos compósitos de PP reforçados com fibras da palmeira



Quantidade de reforço (%)

Fonte: O autor, 2015.

Analisando-se o tempo de mistura para obtenção dos compósitos foi possível observar que quanto maior a quantidade de reforço inserido na matriz, maior o tempo de mistura. No entanto, o tempo de mistura foi extremamente rápido atingindo 60 s.

#### 4.2.2 Obtenção dos corpos de prova

A Figura 18 evidencia os corpos de prova que foram obtidos para ensaios de tração (A), flexão (B).

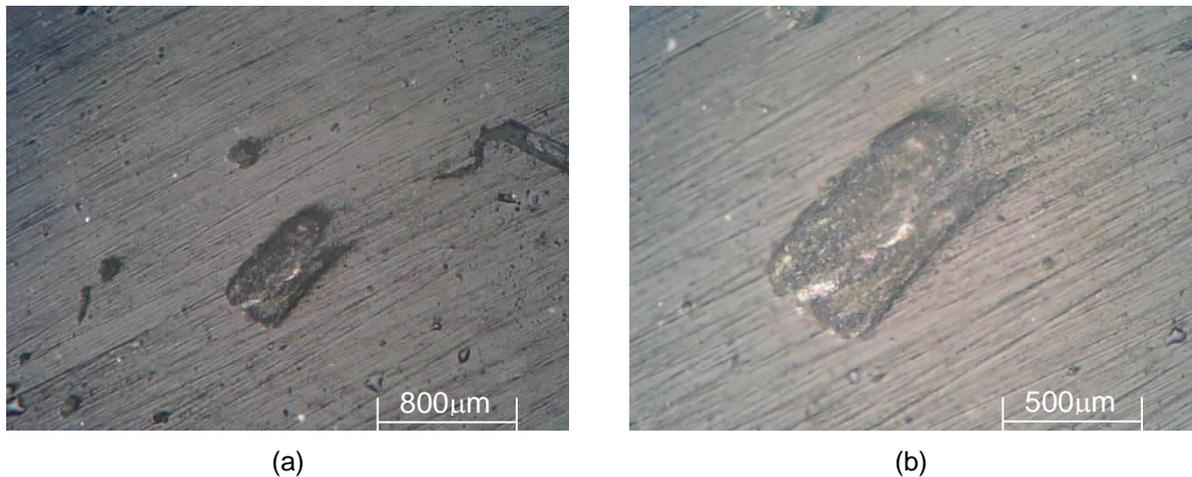
Figura 18 - Corpos de prova obtidos para os ensaios mecânicos



Fonte: O autor, 2015.

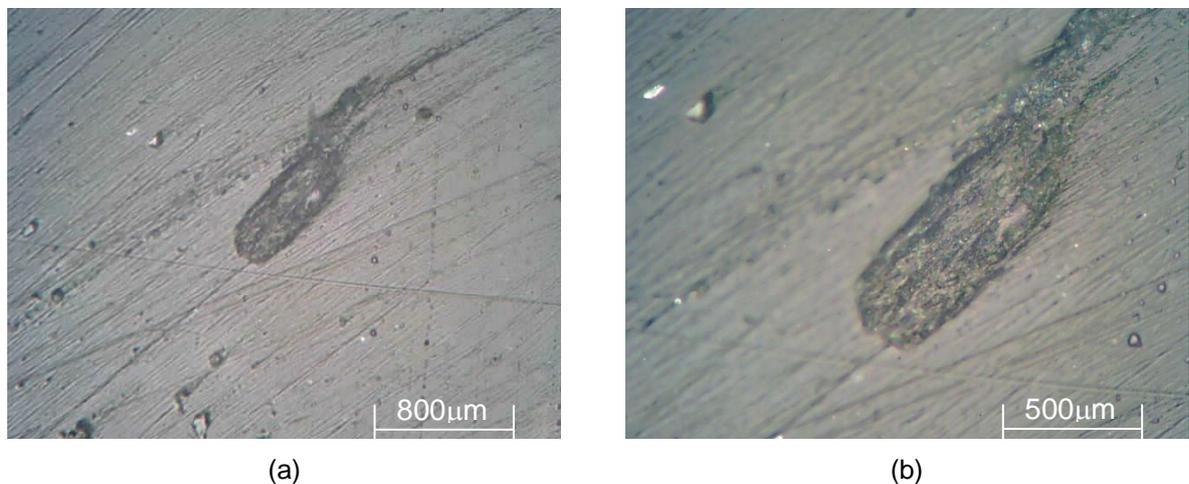
As variações de comprimento podem ser obtidas por meio da microscopia óptica através de *softwares* que foram desenvolvidos para esse fim e se aplicam aos compósitos e a microscopia eletrônica de varredura para as fibras. Analisando-se as imagens das fibras distribuídas na matriz por meio de um microscópio óptico, observou-se a pequena redução no tamanho das fibras, causado pelo tempo de mistura. As Figuras 19 a 22 evidenciam as micrografias da superfície das extremidades dos corpos de prova de tração dos compósitos reforçados com fibras que variam 5% e 10 % (m/m) sem o uso do agente de acoplamento e com o uso do mesmo.

Figura 19 - MO dos compósitos PP reforçados com fibras da palmeira *in natura* CP 5%*m/m* (a) 20x; (b) 40x.



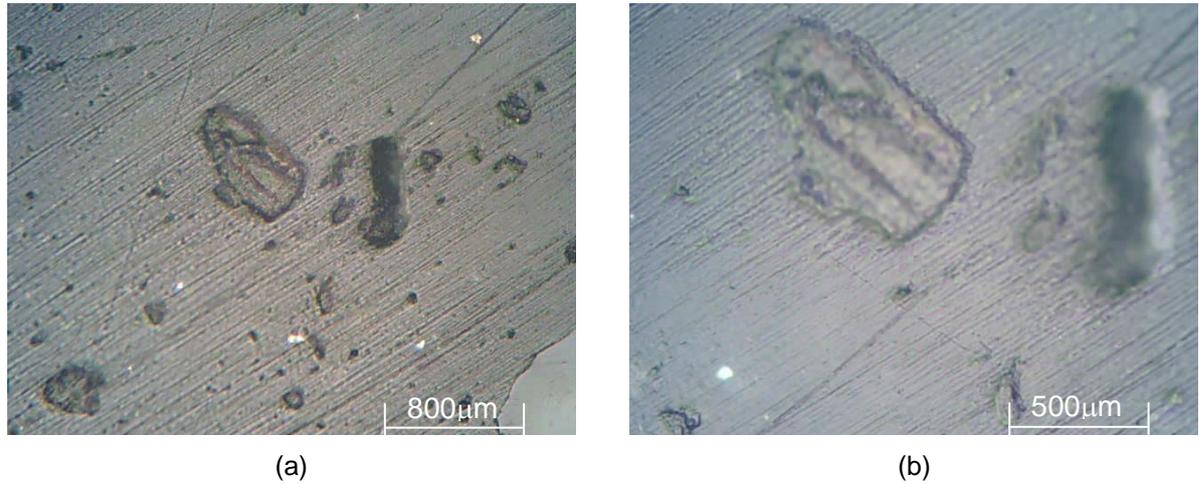
Fonte: O autor, 2015.

Figura 20 - MO dos compósitos PP reforçados com fibras da palmeira *in natura* CPA 5%*m/m* (a) 20x; (b) 40x.



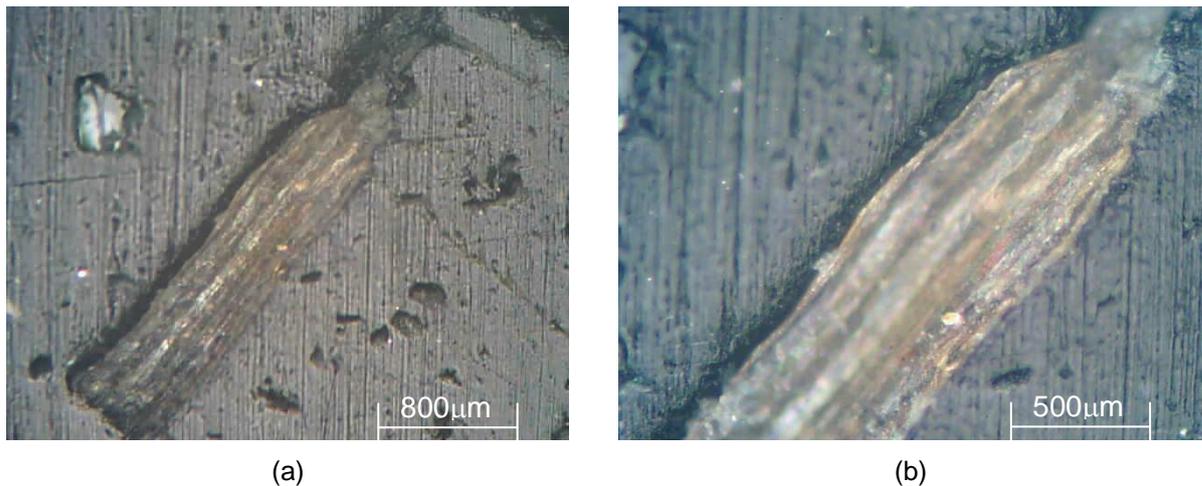
Fonte: O autor

Figura 21 - MO dos compósitos PP reforçados com fibras da palmeira *in natura* CP10%/m/m (a) 20x; (b) 40x.



Fonte: O autor, 2015.

Figura 22 - MO dos compósitos PP reforçados com fibras da palmeira *in natura* CPA 10%/m/m (a) 20x; (b) 40x.



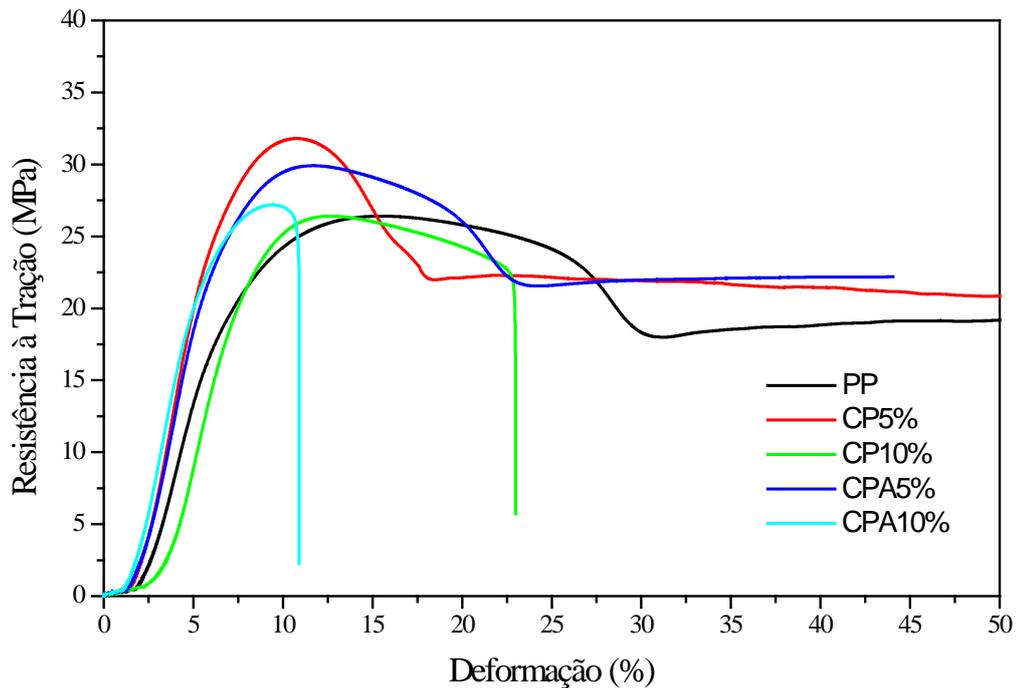
Fonte: O autor, 2015.

### 4.3 Ensaios Mecânicos

#### 4.3.1 Tração

A Figura 23 apresenta a curva Tensão x Deformação para o PP e seus compósitos, de forma a ilustrar o comportamento mecânico dos compósitos, que foram semelhantes para todas as amostras. No entanto, observou-se que ao aumentar o teor de fibras na matriz de PP houve uma redução da deformação até tensão máxima dos compósitos.

Figura 23 - Gráfico Tensão x Deformação do PP e dos compósitos

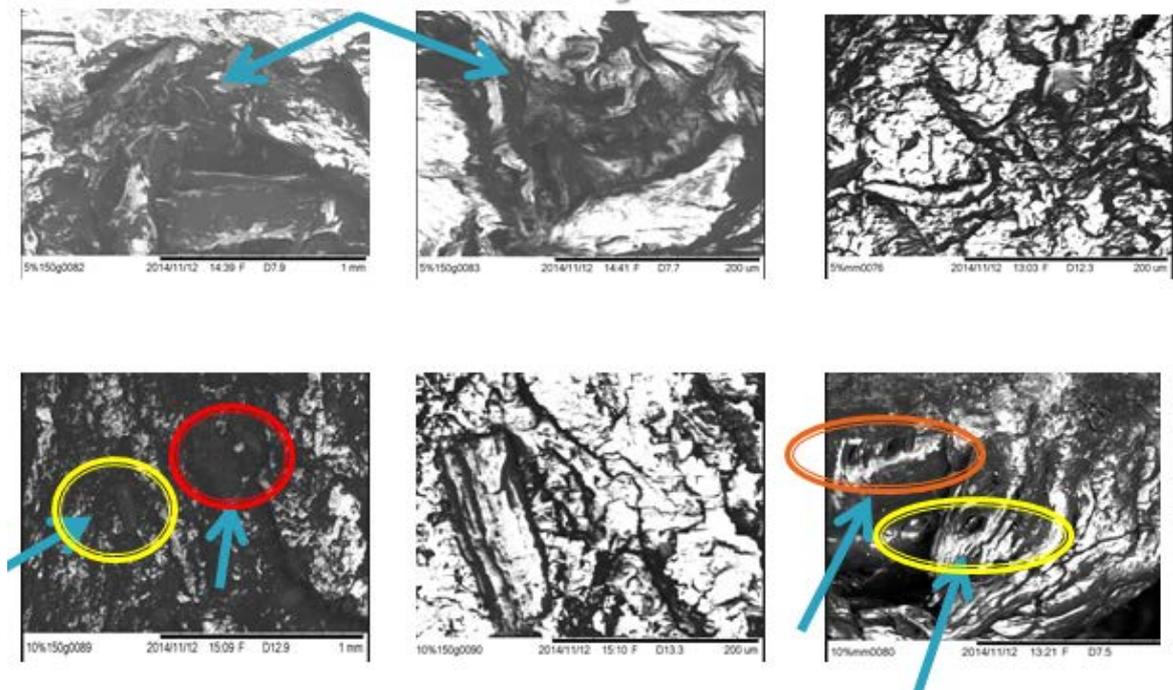


Fonte: O autor, 2015.

Analisando as curvas da Figura 24 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, as curvas apresentaram comportamento semelhante, porém, o teor de fibras inserido na matriz polimérica de PP alterou a deformação do material até a tensão máxima provocando uma redução na deformação do material. Este fato foi associado ao fato de que o reforço promoveu uma redução da ductilidade do material. A Figura 24 mostra imagens de corpos de prova após à fratura decorrente do ensaio de tração, enquanto a Tabela 7 mostra os valores do limite de resistência à tração, obtidos dos ensaios mecânicos das misturas preparadas com diferentes quantidades de reforço.

Figura 24 - Fratura dos compósitos submetidos ao Ensaio de tração



Fonte: O autor, 2015.

Tabela 7 - Valores do limite de resistência à tração

<b>AMOSTRAS</b>	<b><i>Alongamento até tensão máxima (%)</i></b>	<b><i>Limite de resistência à tração (MPa)</i></b>	<b><i>Módulo de Elasticidade (MPa)</i></b>
PP	12,75 ± 1,61	25,15 ± 1,42	1021,33 ± 75,9
CP5%	11,18 ± 1,04	28,77 ± 2,65	1181,5 ± 95,84
CP10%	12,54 ± 0,41	27,5 ± 1,3	1046,67 ± 48,10
CPA5%	10,59 ± 1,81	28,30 ± 1,6	1236,0 ± 120,01
CPA10%	10,74 ± 1,55	27,19 ± 0,61	1145,33 ± 89,0

Fonte: O autor, 2015.

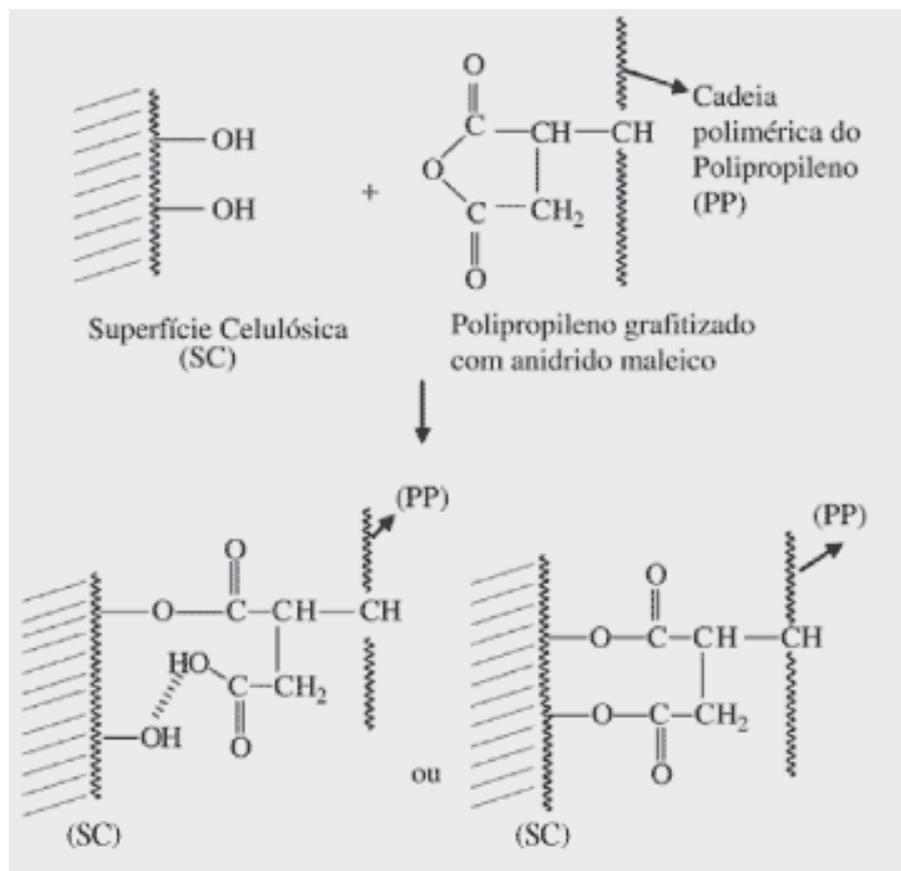
Analisando-se os dados da Tabela 7 observou-se que a resistência à tração dos compósitos aumentou quando comparada ao PP puro. No entanto, os compósitos compatibilizados com PP-g-MA apresentaram resistência à tração semelhante aos compósitos não compatibilizados com PP-g-MA. A quantidade de reforço inserido não contribuiu para da resistência à tração quando comparados aos compósitos reforçados com 5 % m/m, mas apresentaram um aumento em torno de 9% quando comparado ao PP puro. Em comparação ao compósito PP reforçado

com fibra do bagaço de cana de açúcar (BRANDÃO, 2015), as amostras de 5% m/m apresentaram aumento de 8,5% no limite de resistência à tração.

A rigidez dos compósitos também não aumentou ao se inserir maior teor de fibras nos compósitos. No entanto, ao inserir 5% m/m de fibras na matriz de PP aumento em torno de 20% quando comparados ao PP puro. O uso do PP-g-MA, provocou uma ligeira influência na rigidez dos compósitos quando comparados aos compósitos sem o uso do agente compatibilizante. Isso ocorreu, pois os compósitos compatibilizados apresentaram uma melhor transferência de tensão da matriz para o reforço na interface decorrente de uma provável ocorrência de ancoramento mecânico ou interações químicas entre os grupos anídrido e as hidroxilas da celulose na interface polímero-fibra da palmeira (MULINARI, 2009).

A Figura 25 mostra um esquema da interação entre a superfície das fibras e o PP-g-MA.

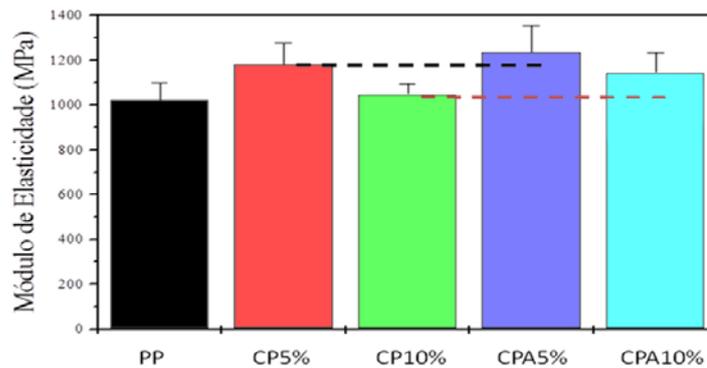
Figura 25 - Representação provável da interação entre as fibras celulósicas com o PP-g-MA



Fonte: (Correa et al., 2003)

A Figura 4.13 mostrou o resultado dos ensaios dos módulos de elasticidade obtidos nos compósitos compatibilizados e não compatibilizados e com diferentes quantidades de fibras inseridas na matriz de PP.

Figura 26 - Módulo de elasticidade em tração dos compósitos em função do teor e tipo de fibra



Fonte: O autor, 2015.

El-Sabbagh (2014) evidenciou comportamento semelhante ao avaliar o efeito do uso do agente compatibilizante sobre os compósitos de PP reforçados com fibras de sisal, cânhamo e linho.

#### 4.3.2 Flexão

O estudo da resistência à flexão dos compósitos foi importante, pois permitiu avaliar os dados quantitativos da deformação desses materiais quando sujeitos a cargas de flexão. Os materiais dúcteis, quando sujeitos a esse tipo de carga, são capazes de absorver grandes deformações ou dobramento.

A Tabela 8 apresenta os valores do limite de resistência à flexão dos compósitos.

Tabela 8 - Valores do limite de resistência à flexão

<b>AMOSTRAS</b>	<b>Resistência à flexão (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (MPa)</b>
PP	50,96 ± 0,42	1069 ± 35
CP5%	53,94 ± 0,57	1160 ± 56,8
CP10%	53,41 ± 0,82	1251 ± 48,5
CPA5%	55,81 ± 1,16	1199 ± 100,2
CPA10%	54,79 ± 0,35	1158 ± 326

Fonte: O autor, 2015.

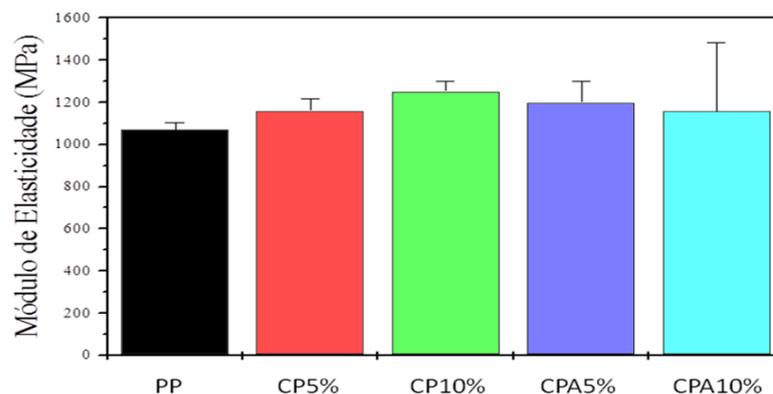
Analisando-se as propriedades mecânicas em flexão do PP puro foi observado valor inferior quando comparado aos compósitos. No entanto, ao se inserir fibras na matriz houve um aumento na resistência e no módulo.

O CPA5% comparado ao CP5% apresentou um aumento de 3,46% na sua resistência a flexão e de 3,36% em seu módulo de elasticidade

Por outro lado, a quantidade de fibras inseridas na matriz de PP e o uso do agente compatibilizante não influenciaram significativamente nos resultados.

A Figura 27 evidencia a rigidez em função dos compósitos reforçados com diferentes quantidades de reforço.

Figura 27 - Módulo de elasticidade em flexão dos compósitos e do PP puro



Fonte: O autor, 2015.

Um comportamento mecânico similar foi evidenciado ao estudar e avaliar as propriedades mecânicas dos compósitos com polipropileno reforçados com fibras de celulose e lignina provenientes do bagaço de cana de açúcar com diferentes teores de fibras (LUZ, 2008).

## 5 CONCLUSÕES

As fibras provenientes da Palmeira Real Australiana apresentaram características de um material semicristalino.

A morfologia das fibras evidenciaram uma superfície homogênea.

As diversas geometrias superficiais presentes na fibra, entre elas a rugosidade, permitiram uma melhor adesão entre a fibra e a matriz, devido à baixa quantidade de impurezas presentes na fibra.

Com a adição de fibras da palmeira na matriz PP, obteve-se um material com até 5% menos polímero e com propriedades mecânicas viáveis para determinadas aplicações do PP. A adição de PP-g-MA no compósito não resultou em mudanças significativas para a resistência à flexão e à tração quando comparado aos compósitos sem o uso do agente compatibilizante.

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.

## REFERÊNCIAS

ABDULLAH A. et al. PLA and PP composites with enzyme modified oil palm fibre: A comparative study. **Composites: Part A**, v. 53, p. 160-167, Oct. 2013.

ASTM. 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.

ARRAKHIZ, F. Z. et al. Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene. **Materials & Design**, v. 43, p. 200-205, 2013.

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. 124 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

BRANDÃO, A. T. **Desenvolvimento e caracterização de compósitos de polipropileno reforçados com fibras do bagaço de cana-de-açúcar**. 2015. 55 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Materiais). Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA, Volta Redonda, RJ.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. **Uso dos Recursos Naturais**. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/governanca-ambiental/item/8327-uso-de-recursos-naturais>>. Acesso em: 10 abr. 2015.

BRASKEM, 2012. **Polipropileno H 301**. Disponível em: <<http://www.braskem.com.br/site.aspx/Consultar-Produtos?codProduto=126>>. Acesso em: 15 mar. 2014.

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

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

CARLOS, José 2013; **Apostila: Fibra de polipropileno**; p. 3-4. Disponível em: <<http://pt.slideshare.net/Ezilen/apostilafibra-de-polipropileno>>. Acesso em: 25 ago. 2014.

CASTRO, D. O. **Biocompósitos a partir de Biopolietileno de alta densidade**. Disponível em: <<http://www.braskem.com.br/site.aspx/Consultar-Produtos?codProduto=141&grd=true&Familia=14&nmFam=PP&CtgFam=&Aplicacao=&Processo=&CurrentPage=4>>. Acesso em: 29 ago. 2014.

CORREIA, E. A. S. **Compósito de matriz geopolimérica reforçados com fibras vegetais de abacaxi e de sisal**. 2011, 113f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-PA, 2011.

DAI, D.; FAN, M. Wood fibres as reinforcements in natural fibre composites: structure, properties, processing and applications. **Natural Fibre Composites**, p. 3-65, 2014.

ELKHAOULANI et al. Mechanical and thermal properties of polymer composite based on natural fibers: Moroccan hemp fibers/polypropylene. **Materials and Design**, v. 49, p. 203-208, Aug. 2013.

EL-SABBAGH, A. Effect of coupling agent on natural fibre in natural fibre/polypropylene composites on mechanical and thermal behaviour. **Composites Part B: Engineering**, v. 57, p. 126-135, Feb. 2014.

FERMINO, M. H. et al. Aproveitamento dos resíduos da produção de conserva de palmito como substrato para plantas. **Horticultura Brasileira**, v. 28, n. 3, p. 282-286, jul/set., 2010.

GEJO G. et al. Dielectric behaviour of PP/jute yarn commingled composites: Effect of fibre content, chemical treatments, temperature and moisture. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 47, p. 12-21, Apr. 2013.

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.

IBRAHIMA, H., et al. Characteristics of starch-based biodegradable composites reinforced with date palm and flax fibers. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, p. 11-19, 2014.

JEENCHAM, R., SUPPAKARN, N., JARUKUMJORN, K. Effect of flame retardants on flame retardant, mechanical, and thermal properties of sisal fiber/polypropylene composites. **Composites: Part B**, v. 56, p. 249-253, 2014.

LEVY, L. C.; PARDINI, F. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. 1 ed. São Paulo: Edgar Blucher Editora, 2006.

LUKAS, S.; REINHOLD, W; LANG, A. H. Polypropylene composites with natural fibers and wood. **General mechanical property profiles**, v. 72, n. 5, p. 550-557, March 2012.

LUZ, S. M. **Estudo das propriedades mecânicas, interface e morfologia de compósitos de polipropileno reforçados com fibras de bagaço e palha de cana.** 2008. 153f. Tese (Doutorado em Biotecnologia Industrial) – Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, São Paulo, 2008.

MANO, B.; et al. 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.

MARA, V., HAGHANI, R., HARRYSON, P. Bridge decks of fibre reinforced polymer (FRP): A sustainable solution. **Construction and Building Materials**, v. 50, p.190-199, 2014.

MARINUCCI, G. **Materiais compósitos poliméricos: Fundamentos e tecnologia**, 1 ed. São Paulo, Editora Artliber, 2011.

MARTINS, José Vitor Bomtempo. **Innovation et organisation: les cas de l'industrie des polymeres.** Tese (Doutorado) L'Ecole Nationale Superieure des Mines de Paris. 1994.

MILEO, P. C. et al. Evolution of Castor oil Polyurethane Reinforced with lignin and cellulose from sugarcane straw. **Advanced Materials Research**, v. 123-125, p. 1143-1146, 2010.

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, 112 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, SP.

\_\_\_\_\_. et al. Surface modification of sugarcane bagasse cellulose and its effect on mechanical and water absorption properties of sugarcane bagasse cellulose/ HDPE composites. **BioResources**, v. 5, n. 2, p. 661-671, 2010.

\_\_\_\_\_. Caracterização das fibras da Palmeira Real Australiana. 2010, p. 402-471. In: **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 2010.

NETO, F. L.; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais ciência e tecnologia.** 1 ed. [S.l.]: Edgard Blücher, 2006.

NINA, G. et al. Improvement and analysis of fibre/matrix adhesion of regenerated cellulose fibre reinforced PP-, MAPP- and PLA-composites by the use of Eucalyptus globulus lignin. **Composites Part B: Engineering**, v. 66, p. 117-125, Nov. 2014,

NUTHONG, W.; et al. Impact Property of Flexible Epoxy Treated Natural Fiber Reinforced PLA Composites. **Energy Procedia**, v. 34, p. 839-847, 2013.

OLIVEIRA, T. A. et al. Avaliação do uso de agente compatibilizante no comportamento mecânico dos compósitos PEBD reforçados com Fibras de Coco Verde. **Cadernos UniFOA**, v. 14, p. 11-17, 2010.

OLIVEIRA, P. F.; MARQUES, M. F. V.; MERAT, L. C. Estudo de metodologias de tratamento alcalino em fibras vegetais de malva. **12º Congresso Brasileiro de Polímeros**, v. 1, 2013.

OLIVEIRA, J. L.; et al. Avaliação das Propriedades Mecânicas e Morfológicas dos Compósitos de PP Reforçados com fibras da Palmeira Real Australiana. 2014, p. 402-471. In: **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 2014.

OTTOBONI, F. S. **Desenvolvimento de novos compósitos baseados em polietileno e híbridos gerados a partir de resíduos agrícolas modificados com óxido de nióbio**. 2011. 115 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade de São Paulo, Lorena, SP.

PADILHA, Angelo Fernando. **Materiais de Engenharia: microestrutura**. 1 ed. São Paulo: HEMUS, 2007.

PRACHAYAWARAKORN, J.; POMDAGE, W. Effect of carrageenan on properties of biodegradable thermoplastic cassava starch/low-density polyethylene composites reinforced by cotton fibers. **Materials & Design**, v. 61, p. 264-269, 2014.

RACHASIT, J. et al. Effect of flame retardants on flame retardant, mechanical, and thermal properties of sisal fiber / polypropylene composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 56, p. 249-253, January 2014,

RAMESH, M.; PALANIKUMAR, K.; REDDY, K. H. Mechanical property evaluation of sisal–jute–glass fiber reinforced polyester composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 48, p. 1-9, 2013.

REDIGHIERI, K. I. **Estudo de compósitos de partículas de madeira e PEBD reciclado na presença de agentes compatibilizantes**. 2006, 84 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ. 2006.

REIS, J. M. L., MOTTA, E. P. Mechanical behavior of piassava fiber reinforced castor oil polymer mortars. **Composites Structures**, v. 111, p. 468-472, 2014.

RIBEIRO, J. H. SOS palmito. **Revista Globo Rural**, v. 3, p. 24-26, 1996.

ROCHA, G. J. M. et al. **Resumos do 5th Brazilian Symposium on the Chemistry of Lignins and Other Wood Components**, Paraná, Brasil, 1997.

SAM-JUNG, K et al. Mechanical properties of polypropylene/natural fiber composites: Comparison of wood fiber and cotton fiber. **Polymer Testing**, v. 27, n. 7, p. 801-806, October 2008.

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

SATYANARAYANA, K. G.; ARIZAGA, G. G. C.; WYOYCH, F; Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers, An overview. **Progress in Polymer Science**, v. 34, p. 987-1021, 2009.

SEGAL, L.; et al. 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.

SHANMUGAM, D.; THIRUCHITRAMBALAM, M. Static and dynamic mechanical properties of alkali treated unidirectional continuous Palmyra Palm Leaf Stalk Fiber/jute fiber reinforced hybrid polyester composites. **Materials & Design**, v. 50, p. 533-542, 2013.

SILVA Jr., K. I. **Produção e caracterização de compósitos à base de fibra de curauá, amido termoplástico e polietileno, utilizando-se a termografia**. 2013. 130 f. Dissertação (Mestrado em Design) - Universidade do estado de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG.

SILVA, R. et al. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e compósitos. **Química Nova**, v. 32, p. 661-67, 2009.

THAKUR, V. K.; THAKUR, M. K. Processing and characterization of natural cellulose fibers/thermoset polymer composites. **Carbohydrate polymers**, v. 109, p. 102-117, 2014.

RODA, Daniel Tietz. **Tudo sobre Plásticos**. 2013. Disponível em: <<http://www.tudosobreplasticos.com/compostos/compostos.asp>>. Acesso em: 12 abr. 2015.

TROMBETTA, E. **Utilização de fibra natural de pinus (serragem) como reforço em componentes automotivos compostos de polipropileno**. 2010. 104 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, 2010.

WAMBUA, P.; IVENS, J.; VERPOEST, I. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? **Composites Science and Technology**, v. 63, p. 1259-1264, 2003.

ZULKIFLI, R. et al. Interlaminar fracture properties of fibre reinforced natural rubber/polypropylene composites. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 128, n. 1-3, p. 33-37, October 2002.

## Anexo A - Recibo de Petição Eletrônico (INPI)

12/08/2015 860150175884 15:43 NPWB	 0000921506154939	 BR 10 2014 023566 3	
Protocolo	Número	Código QR	

		INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL Diretoria de Patentes Sistema e-Patentes/Depósito
---	---	--

	Tipo de Documento: Recibo de Peticionamento Eletrônico	DIRPA	Página: 1 / 1
Título do Documento: Recibo DIRPA-FQ002 - Petição Relacionada com Pedido, Patente ou Certificado de Adição		Código: RECIBO	Versão: 01
		Modo: Produção	

**O Instituto Nacional da Propriedade Industrial informa:**

Este é um documento acusando o recebimento de sua petição conforme especificado abaixo:

**Dados do INPI:**

Número de processo: BR 10 2014 023566 3  
 Número da GRU principal: 00.000.9.2.15.0615493.9 (serviço 260)  
 Número do protocolo: 860150175884  
 Data do protocolo: 12 de Agosto de 2015, 15:43 (BRT)  
 Número de referência do envio: 128401

**Dados do requerente ou interessado:**

Tipo de formulário enviado: DIRPA-FQ002 v.004  
 Referência interna: 135646  
 Primeiro requerente ou interessado: BIOSOLVIT INDÚSTRIA, COMÉRCIO E DISTRIBUIÇÃO DE FIBRAS VEGETAIS E PRODUTOS DERIVADOS LTDA  
 CNPJ do primeiro requerente ou interessado: 09.445.964/0001-18  
 Número de requerentes ou interessados: 1  
 Título do pedido: PROCESSO DE OBTENÇÃO DE COMPÓSITO POLIMÉRICO REFORÇADO COM FIBRAS DE PALMEIRA REAL AUSTRALIANA E COMPÓSITO. OBTIDO.

**Arquivos enviados:**

Arquivo enviado	Documento representado pelo arquivo	Número de páginas
[package-data.xml]	Arquivo com informações do pacote em XML	---
[brf102-request.xml]	Formulário de petição relacionada com pedido, patente ou certificado de adição em XML	---
[application-body.xml]	Arquivo com dados do corpo do conteúdo patentário em XML	---
[brf102-request.pdf]	Formulário de petição relacionada com pedido, patente ou certificado de adição em PDF	
Gru e comprovante.pdf [GRU-1.pdf]	Guia de Recolhimento da União (GRU) paga com comprovante de pagamento em formato eletrônico PDF [Código de serviço: 260, Número: 00.000.9.2.15.0615493.9, Nome do sacado: BIOSOLVIT INDÚSTRIA, COMÉRCIO E DISTRIBUIÇÃO DE FIBRAS VEGETAIS E PRODUTOS DERIVADOS LTDA]	2
PROCURAÇÃO.pdf [INDEXADO-1.pdf]	Procuração em formato eletrônico PDF	1
RAZAO_DECLARACAO.pdf [INDEXADO-2.pdf]	Esclarecimentos quanto ao processo em formato eletrônico PDF	2

**Dados sobre o envio:**

Responsável pelo envio: Administrativo Patente 2015a:9ed81effc7b1cbce5d2884c6b878046  
 Assinatura (Requerente, Interessado ou Procurador): VICTOR ANDREAS QUAGLIO:01085914844,OU=AR FACESP,OU=VALID,OU=RFB e-CPF A3,OU=Secretaria da Receita Federal do Brasil - RFB,O=ICP-Brasil,C=BR  
 Método de envio: Eletrônico pela Internet  
 Código de segurança: 9F:6C:CC:85:BB:A1:67:F6:83:83:A0:A7:76:14:70:D9:6F:0B:C8:EC