



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



**BRUNO TARGINO DE OLIVEIRA**

**CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS À BASE DE POLIURE-  
TANO VEGETAL REFORÇADO COM FIBRA DE SISAL SUBMETIDA A TRATA-  
MENTO QUÍMICO**

**VOLTA REDONDA**

**2025**

**BRUNO TARGINO DE OLIVEIRA**

**CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS À BASE DE POLIURE-  
TANO VEGETAL REFORÇADO COM FIBRA DE SISAL SUBMETIDA A TRATA-  
MENTO QUÍMICO**

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, na área de concentração de processamento e caracterização de materiais reciclados, compósitos, nanomateriais e biomateriais e linha de pesquisa em materiais compósitos.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup>. Renata Martins  
Parreira

VOLTA REDONDA

2025

## FICHA CATALOGRÁFICA

Bibliotecária: Alice Tacão Wagner - CRB 7/RJ 4316

O48c Oliveira, Bruno Targino de

Caracterização de compósitos poliméricos à base de poliuretano vegetal reforçado com fibra de sisal submetida a tratamento químico. / Bruno Targino de Oliveira. - Volta Redonda: UniFOA, 2025.  
115 p.: Il

Orientador (a): Profa. Renata Martins Parreira

Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado Profissional em Materiais,  
2025

1. Materiais - dissertação. 2. Fibra de sisal. 3. Poliuretano. 4. Retardante de chama. I. Parreira, Renata Martins. II. Centro Universitário de Volta Redonda. III. Título.

CDD – 620.1



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



BRUNO TARGINO DE OLIVEIRA

CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO POLIMÉRICO À BASE DE  
POLIURETANO VEGETAL REFORÇADO COM FIBRA DE SISAL  
SUBMETIDA A TRATAMENTO QUÍMICO

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Renata Martins Parreira

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO  
TÍTULO DE  
"MESTRE EM MATERIAIS"

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE MESTRADO  
PROFISSIONAL EM MATERIAIS

*Roberto de Oliveira Magnago*  
Prof. Dr. Roberto de Oliveira Magnago  
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:

*Renata Martins Parreira*

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Renata Martins Parreira  
Presidente / UniFOA

*Sérgio Roberto Montoro*

Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro  
Examinador interno / UniFOA

*Fernanda Roberta Marciano*

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Fernanda Roberta Marciano  
Examinador externo / UFPI

Junho de 2025

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha família, que sempre me apoiou durante minha trajetória e a professora Dra. Renata Parreira Martins pelo apoio e dedicação durante a elaboração deste trabalho.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus por toda a oportunidade e entendimento que tem me dado durante minha vida.

Ao Centro Universitário de Volta Redonda pela disponibilidade dos laboratórios e sala de aula para os ensaios de caracterização do material.

Agradeço ao coordenador do curso Dr. Roberto de Oliveira Magnago por todas as dicas e conselhos que foram de grande valia para a construção deste trabalho.

A minha orientadora professora Dra. Renata Parreira Martins por sua disponibilidade para sanar dúvidas e alinhamento das atividades.

E por fim agradeço aos meus pais que sempre me apoiaram e foram fundamentais durante toda minha trajetória.

OLIVEIRA, B.T. **Caracterização de compósitos poliméricos à base de poliuretano vegetal reforçado com fibra de sisal submetida a tratamento químico.** 2025. Dissertação (Mestrado Profissional em Materiais) – Fundação Oswaldo Aranha, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda, 2025.

## RESUMO

A busca por materiais com menor impacto ambiental tem impulsionado o desenvolvimento de compósitos oriundos de fontes renováveis como alternativa aos polímeros sintéticos de longa degradação. Nesse contexto, polímeros derivados de óleos vegetais têm se destacado, especialmente quando combinados com fibras naturais, que contribuem para a redução do tempo de decomposição e melhoria das propriedades mecânicas. Este trabalho teve como objetivo a produção e caracterização de compósitos de poliuretano (PU), derivado de MDI com polioli vegetal, reforçado com fibra de sisal tratada quimicamente. Foram fabricados dois compósitos, com fibras tratadas em soluções de NaOH (10%) e  $\text{Al}(\text{OH})_3$  (10%), submetidas a lavagem, mercerização e secagem. Cada compósito utilizou 35% de fibra em massa, com base na densidade do PU puro. A moldagem foi realizada em molde fechado, com manta de silicone e proporção isocianato/polioli de 1:1. As fibras foram caracterizadas por difração de raios X, ensaio de tração (ASTM D3379), MEV, TGA/DTG e teor de umidade. O tratamento com NaOH apresentou o maior índice de cristalinidade (81,05%), seguido por  $\text{Al}(\text{OH})_3$  (78,92%) e pela fibra in natura (72,16%), sendo detectada  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nas fibras tratadas com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . A resistência média à tração foi de 690 MPa (in natura), 494 MPa ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) e 434 MPa (NaOH), com redução atribuída à remoção de componentes amorfos. Os teores de umidade foram 8,52% (in natura), 9,26% ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) e 10,11% (NaOH), e o MEV confirmou alterações morfológicas. A análise TGA/DTG indicou maior estabilidade térmica nas fibras tratadas com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , seguidas das tratadas com NaOH. Os compósitos foram avaliados quanto à tração (ASTM D3039), densidade (ASTM D1622), dureza Shore D, flamabilidade horizontal (ASTM D635) e morfologia da fratura. Todos os compósitos apresentaram aumento da resistência à tração em relação ao PU puro, com boa adesão fibra/matriz. O compósito com fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  apresentou o melhor desempenho geral, sendo o único classificado como HB (ASTM D635), com velocidade de queima inferior a 40 mm/min. A densidade foi ligeiramente maior no compósito com NaOH, e o PU puro teve degradação quase total no ensaio de queima. A incorporação das fibras também aumentou a dureza. Ressalta-se que as propriedades das fibras naturais variam conforme a origem e cultivo, reforçando a necessidade de padronização dos tratamentos químicos.

**Palavras-chave:** Fibra de sisal, Poliuretano; Retardante de chama.

OLIVEIRA, B. T. **Characterization of a Bio-Based Polyurethane Composite Reinforced with Chemically Treated Sisal Fiber**. 2025. Dissertation (Professional Master of Material) – Fundação Oswaldo Aranha, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda, 2025.

## ABSTRACT

The growing demand for environmentally friendly materials has driven the development of composites from renewable sources as an alternative to synthetic polymers with long degradation times. In this context, polymeric materials derived from vegetable oils have gained attention, especially when combined with natural fibers, which can reduce decomposition time and improve mechanical properties. This study aimed to produce and characterize composites using polyurethane (PU) derived from MDI with vegetable-based polyol, reinforced with chemically treated sisal fiber. Two composites were fabricated using fibers treated with 10% sodium hydroxide (NaOH) and 10% aluminum hydroxide ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ), respectively. Each formulation contained 35 wt% fiber, based on the density of pure PU. Fibers were analyzed by X-ray diffraction (XRD), uniaxial tensile testing (ASTM D3379), scanning electron microscopy (SEM), thermogravimetric analysis (TGA/DTG), and moisture content. The NaOH treatment yielded the highest crystallinity index (81.05%), followed by  $\text{Al}(\text{OH})_3$  (78.92%) and untreated fiber (72.16%). Aluminum oxide peaks were detected in fibers treated with  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Tensile strength decreased after chemical treatment, from 690 MPa (untreated) to 494 MPa ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) and 434 MPa (NaOH), due to the removal of amorphous components. TGA/DTG revealed enhanced thermal stability in  $\text{Al}(\text{OH})_3$ -treated fibers. Composite characterization included tensile strength (ASTM D3039), apparent density (ASTM D1622), Shore D hardness, horizontal flammability (ASTM D635), and fracture morphology. All composites showed improved mechanical performance over pure PU, with the  $\text{Al}(\text{OH})_3$ -treated fiber composite demonstrating superior tensile strength, thermal stability, and the only sample to meet the HB classification per ASTM D635. The incorporation of fibers increased both hardness and mechanical resistance. These results highlight the importance of treatment standardization, as natural fiber properties vary with source and cultivation conditions.

**Keywords:** Sisal fiber, Flame retardant composite, Polyurethane.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Reação de formação de uma ligação uretana.....	22
<b>Figura 2</b> - Reação de formação do poliuretano (PU) .....	22
<b>Figura 3</b> -Estrutura química isômeros de tolueno diisocianato (TDI).....	23
<b>Figura 4</b> -Estrutura química diisocianato de difenilmetano (MDI) .....	24
<b>Figura 5</b> - Estrutura química isocianatos alifáticos .....	25
<b>Figura 6</b> - Estrutura química formação de triglicerídeos .....	26
<b>Figura 7</b> - Estrutura química ácido 12-hidroxi-9-octadecenoico.....	27
<b>Figura 8</b> - Reações químicas entre o isocianato e água.....	29
<b>Figura 9</b> - Domínios rígidos e flexíveis estrutura do Poliuretano .....	30
<b>Figura 10</b> - Relação entre isocianato com grupos álcool, amina, ureia e uretano ...	31
<b>Figura 11</b> - Composição de um material compósito .....	33
<b>Figura 12</b> - Orientação da fibra, alinhada, aleatória e contínua .....	33
<b>Figura 13</b> - Representação ensaio de pull - out.....	34
<b>Figura 14</b> - Perfil deformação x comprimento da fibra .....	35
<b>Figura 15</b> - Divisão das fibras .....	36
<b>Figura 16</b> - Estrutura das fibras lignocelulósicas .....	37
<b>Figura 17</b> - Representação esquemática da estrutura da fibra vegetal .....	38
<b>Figura 18</b> - Planta originaria da fibra de sisal Agave Sisalana.....	40
<b>Figura 19</b> - Processo de lavagem da fibra de sisal .....	46
<b>Figura 20</b> - Processo de mercerização da fibra .....	47
<b>Figura 21</b> - Processo de secagem da fibra .....	47
<b>Figura 22</b> - Molde para fabricação do corpo de prova .....	48
<b>Figura 23</b> - Corpo de prova PU formato hexagonal .....	49
<b>Figura 24</b> - Relação trigonométrica hexágono.....	50
<b>Figura 25</b> - Preparativo para moldagem da fibra de sisal .....	51
<b>Figura 26</b> - Etapas do processo de mistura do PU .....	52
<b>Figura 27</b> - Vista explodida dispositivo utilizado para moldagem do compósito .....	52
<b>Figura 28</b> - Corpos de prova material compósito )a ensaio de tração, b) ensaio de flamabilidade horizontal.....	53
<b>Figura 29</b> - Amostras para o ensaio de DRX .....	54
<b>Figura 30</b> - Ensaio de umidade, utilizando balança de infravermelho .....	55
<b>Figura 31</b> - Microscópio eletrônico de varredura - MEV .....	56

<b>Figura 32</b> - Ensaio de tração fibra de sisal conforme norma ASTM D3379-75.....	57
<b>Figura 33</b> - Porta amostra (TAB) ensaio de tração conforme ASTM D3379-75.....	58
<b>Figura 34</b> - Amostras para ensaio de tração conforme norma ASTM D3379-75.....	58
<b>Figura 35</b> - Ensaio de tração compósito ASTM D3039.....	61
<b>Figura 36</b> - Corpo de prova conforme dimensão ASTM D3039.....	62
<b>Figura 37</b> - Fratura do corpo de prova para caracterização morfológica.....	62
<b>Figura 38</b> – Corpo de prova conforme dimensão ASTM D635.....	63
<b>Figura 39</b> - Método para ensaio de flamabilidade horizontal.....	64
<b>Figura 40</b> - Ensaio de dureza Shore D.....	66
<b>Figura 41</b> – Difratoograma da fibra de sisal in natura e com tratamento alcalino.....	67
<b>Figura 42</b> - Difratoograma fibra de sisal tratada com NaOH 10%.....	69
<b>Figura 43</b> - Difratoograma fibra de sisal tratada com Al(OH) <sub>3</sub> 10%.....	70
<b>Figura 44</b> - Espectrograma da fibra de sisal in natura e com tratamento de NaOH.....	71
<b>Figura 45</b> - Micrografia fibra de sisal in natura a) x300, b) x500 ampliação.....	72
<b>Figura 46</b> - Micrografia fibra de sisal NaOH 10% a) x300, b) x500 ampliação.....	73
<b>Figura 47</b> - Micrografia fibra de sisal Al(OH) <sub>3</sub> 10% a) x300, b) x500 amplitude.....	74
<b>Figura 49</b> - Micrografia fratura PU puro, a) x25, b) x50 ampliação.....	91
<b>Figura 50</b> - Micrografia fratura do compósito PU/Sisal NaOH, a) x25, b) x100, ampliação.....	92
<b>Figura 51</b> - Micrografia fratura do compósito PU/Sisal NaOH, a) x150, b) x200, ampliação.....	92
<b>Figura 52</b> - Micrografia fratura compósito PU/Sisal NaOH, a) x500, b) x1000, ampliação.....	93
<b>Figura 53</b> - Micrografia fratura compósito PU/Sisal Al(OH) <sub>3</sub> , a) x25, b) x200, ampliação.....	94
<b>Figura 54</b> - Micrografia fratura compósito PU/Sisal Al(OH) <sub>3</sub> , a) x200, b) x500, ampliação.....	95
<b>Figura 55</b> - Corpo de prova ensaio de flamabilidade horizontal.....	101

## LISTA DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1</b> - Curva TGA/DTG fibra de sisal sem tratamento alcalino .....	78
<b>Gráfico 2</b> - Curva TGA/DTG fibra de sisal tratada com NaOH 10% .....	79
<b>Gráfico 3</b> - Curva TGA/DTG fibra de sisal tratada com Al(OH) <sub>3</sub> 10% .....	80
<b>Gráfico 4</b> - Curva DTG fibra de sisal e com tratamentos (NaOH/Al(OH) <sub>3</sub> ).....	82
<b>Gráfico 5</b> - Tensão máxima MPa , fibra in natura .....	83
<b>Gráfico 6</b> - Tensão máxima MPa , fibra Al(OH) <sub>3</sub> 10%.....	84
<b>Gráfico 7</b> - Tensão máxima MPa , fibra NaOH 10%.....	85
<b>Gráfico 8</b> – Resistência máxima a tração – Fibra de Sisal .....	86
<b>Gráfico 9</b> - Densidade aparente corpos de prova.....	89
<b>Gráfico 10</b> - Resistência máxima tração - PU puro x compósitos.....	97
<b>Gráfico 11</b> - Tensão x Deformação - PU x Compósitos.....	98
<b>Gráfico 12</b> - Velocidade Média de Propagação da Chama em Corpos de Prova com Diferentes Tratamentos de Fibra de Sisal .....	100
<b>Gráfico 13</b> - Resultados dos ensaios de caracterização da fibra de sisal in natura x tratamentos alcalinos .....	103
<b>Gráfico 14</b> - Resultados dos ensaios de caracterização dos compósitos x PU .....	104

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> - Densidade e constituintes químicos das fibras vegetais .....	39
<b>Tabela 2</b> - Dados referente a mistura do KDG1909 .....	44
<b>Tabela 3</b> - Indicação para classificação HB teste de flamabilidade horizontal .....	65
<b>Tabela 4</b> - Resultado do ensaio de tração da fibra .....	87
<b>Tabela 5</b> - Resultado do ensaio de tração do compósito .....	95

## LISTA DE QUADROS

<b>Quadro 1</b> - Composição ácido graxo .....	27
<b>Quadro 2</b> - Informações Isocianato componente A e Polioliol componente B.....	44
<b>Quadro 3</b> - Quantidade de fibra x PU para cada tipo de ensaio .....	53
<b>Quadro 4</b> - Percentual de cristalinidade .....	68
<b>Quadro 5</b> - Resultado intensidade máxima e mínima (Counts) fibra de sisal .....	68
<b>Quadro 6</b> - Ensaio percentual de umidade fibra in natura .....	74
<b>Quadro 7</b> - Ensaio percentual de umidade fibra NaOH 10% .....	75
<b>Quadro 8</b> - Ensaio percentual de umidade fibra Al(OH) <sub>3</sub> 10% .....	76
<b>Quadro 9</b> - Percentual de umidade médio da fibra de sisal .....	76
<b>Quadro 10</b> - Resultado ensaio de flamabilidade horizontal ASTM D635 .....	99
<b>Quadro 11</b> - Valores médios de dureza Shore D - Material compósito.....	101

## LISTA DE EQUAÇÕES

(1) Cálculo do comprimento crítico da fibra .....	34
(2) Cálculo da tensão de cisalhamento da fibra .....	35
(3) Equação da média ponderada densidade da resina de PU .....	49
(4) Relação trigonométrica do triangulo retangulo .....	50
(5) Volume do hexagono .....	50
(6) Índice de cristalinidade método de Segal .....	54
(7) Equação da tensão .....	59
(8) Equação do modulo de elasticidade .....	59
(9) Equação do alongamento (%).....	59
(10) Equação da densidade do compósito .....	60
(11) Velocidade de queima ensaio de flamabilidade horizontal .....	64

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

PU	Poliuretano
STF	Supremo Tribunal Federal
Al(OH) <sub>3</sub>	Hidróxido de alumínio
ASTM	American Society for Testing and Materials
DTG	Derivada termogravimétrica
DRX	Difração de raios X
HB	Horizontal Burning (Classificação ASTM D635)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MDI	Difenilmetano diisocianato
NaOH	Hidróxido de sódio
TGA	Análise termogravimétrica (Thermogravimetric Analysis)
Ti	Temperatura inicial de degradação térmica

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	16
1.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....	16
1.2. OBJETIVOS .....	18
1.2.1. Objetivo geral .....	18
1.2.2. Objetivos específicos.....	18
1.3. JUSTIFICATIVA .....	20
2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA .....	22
2.1. POLIURETANO.....	22
2.1.1. Sintetização do poliuretano .....	28
2.2. MATERIAIS COMPÓSITOS.....	32
2.3. FIBRAS NATURAIS .....	36
2.3.1. Fibra de Sisal .....	40
2.4. INTERAÇÃO MATRIZ / FIBRA.....	41
3. MATERIAS E METÓDOS.....	43
3.1. MATERIAIS UTILIZADOS .....	43
3.1.1. Fibra de sisal .....	43
3.1.2. Hidróxido de sódio NaOH.....	43
3.1.3. Hidróxido de alumínio Al(OH) <sub>3</sub> .....	43
3.1.4. Poliuretano a base de óleo vegetal .....	44
3.2. TRATAMENTO QUÍMICO FIBRA DE SISAL .....	45
3.3. PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS.....	48
3.4. MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS .....	54
3.4.1. Índice de cristalinidade (DRX) .....	54
3.4.2. Teor de umidade .....	55
3.4.3. Análise morfológica (MEV).....	56
3.4.4. Ensaio de tração ASTM (D3379).....	56

3.4.5. Análise térmica (TGA/DTG).....	59
3.5. MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS E PU PURO..	60
3.5.1. Densidade aparente (ASTM D1622) .....	60
3.5.2. Ensaio de tração (ASTM D3039).....	61
3.5.3. Análise da fratura (MEV) .....	62
3.5.4. Flamabilidade horizontal (ASTM D635).....	63
3.5.5. Dureza Shore D (ASTM D2240).....	65
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	67
4.1. CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE SISAL .....	67
4.1.1. Índice de cristalinidade .....	67
4.1.2. Morfologia superficial (MEV) .....	71
4.1.3. Teor de umidade .....	74
4.1.4. Análise térmica TGA/DTG .....	76
4.1.5. Resistência a tração .....	82
4.1.6. Alterações visuais após o tratamento.....	88
4.2. CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS E PU PURO .....	89
4.2.1. Densidade aparente .....	89
4.2.2. Análise da fratura (MEV) .....	90
4.2.3. Resistência a tração .....	95
4.2.4. Comportamento frente a flamabilidade horizontal .....	98
4.2.5. Dureza Shore D.....	101
4.3. COMPARATIVO ENTRE OS RESULTADOS .....	103
5. CONCLUSÃO.....	105
6. TRABALHOS FUTUROS .....	107
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS .....	108

## 1. INTRODUÇÃO

### 1.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Atualmente, observa-se um aumento significativo na utilização de materiais plásticos, cuja principal matéria-prima é derivada do petróleo. Este, por sua vez, é processado utilizando compostos químicos, como o etileno e o propileno, que desempenham um papel crucial na formação dos monômeros que constituem a estrutura dos polímeros. O petróleo, sendo um combustível fóssil e não renovável, é altamente poluente, gerando impactos desde sua extração até o descarte dos seus derivados. Além disso, os plásticos derivados desse material apresentam longo tempo de decomposição, o que agrava os impactos ambientais.

Os materiais plásticos derivados do petróleo possuem um alto tempo de decomposição, o que ocasiona danos ao meio ambiente, a saúde dos seres humanos e animais se descartados de maneira incorreta. Os polímeros são categorizados entre termorrígidos e termoplásticos, sendo respectivamente não reciclados e reciclados em alta temperatura. Segundo dados do núcleo de biossegurança da Fiocruz, o tempo de decomposição de materiais plásticos é estimado em aproximadamente 450 anos. Para minimizar os impactos ambientais causados pelo longo período de decomposição desses materiais artificiais, torna-se cada vez mais essencial investir em pesquisa e desenvolvimento de produtos que utilizem materiais orgânicos em suas composições.

No Brasil, o Supremo Tribunal Federal (STF) deliberou pela constitucionalidade das leis municipais que obrigavam os comerciantes a substituírem sacolas e sacos plásticos, anteriormente confeccionados com materiais derivados do petróleo, como polietileno, propileno e polipropileno, por matérias-primas equivalentes feitas a partir de materiais orgânicos. Exemplos desses materiais incluem fibras naturais, óleo vegetal, bagaço, amido, entre outras tantas variedades biodegradáveis. Essa decisão foi reforçada no Recurso Extraordinário (RE) 732686, Tema 970, de 2022, que reafirma o papel dos municípios na regulamentação ambiental (SUPREMO TRIBUNA FEDERAL, 2022).

O poliuretano (PU) é classificado como um polímero termorrígido, ou seja, não pode ser reciclado em altas temperaturas, levando um tempo médio de decomposição na natureza entre 100 e 400 anos. No mercado nacional, conforme dados do site Poliuretanos.com.br, o PU é amplamente utilizado na fabricação de colchões e estofados, correspondendo a 57% da produção de PU no Brasil. Além disso, 12% são destinados ao isolamento térmico, enquanto o setor automotivo utiliza 10% da produção nacional.

Dados do setor moveleiro nacional indicam uma produção média de 38 milhões de colchões no ano de 2021. Um dos principais compostos utilizados na fabricação de poliuretano (PU) é o diisocianato de tolueno (TDI), uma substância nociva à saúde humana. Esse composto pode ser liberado pela espuma do colchão em temperatura ambiente, seja pelo ar ou pelo contato com a pele, apresentando o potencial de causar doenças como asma, desmaios e acúmulo de líquido nos pulmões, devido à liberação de gases e ao odor desagradável.

Uma nova abordagem para reduzir os efeitos nocivos dos poliuretanos à saúde humana e ao meio ambiente é a utilização de óleos vegetais, como açaí, girassol, milho, soja, mamona, entre outros. Esses óleos podem ser combinados para formar um blend a ser aplicado como polioliol no processo de síntese do PU. A incorporação de fibras naturais tais como: sisal, curauá, folha de bananeira, coco, juta, entre outros materiais, tem sido cada vez mais adotada como material de reforço na estrutura dos materiais compósitos.

Estudos indicam que diversas fibras naturais podem substituir parcial ou totalmente as fibras sintéticas em materiais compósitos. Entre essas fibras, destaca-se o curauá, que apresenta resistência até dez vezes superior ao da fibra de vidro, tornando-se uma alternativa viável para aplicações, como o revestimento interno de automóveis (KOTIK, 2019).

Além do benefício ambiental e a saúde humana, a utilização de fibras e óleos de origem vegetal, pode proporcionar uma fonte alternativa de renda para agricultores, além de trazer novas perspectivas que podem vir a contribuir com o desenvolvimento socioeconômico de áreas degradadas por intermédio de parcerias públicas/privadas.

## 1.2. OBJETIVOS

### 1.2.1. Objetivo geral

O objetivo do trabalho foi a produção de dois compósitos utilizando uma matriz polimérica à base de poliuretano (PU) derivada da síntese de um pré-polímero de MDI obtido a partir de óleo 100% vegetal. Além disso, propõe-se a aplicação da fibra como material de reforço na estrutura do compósito. Para isso, a fibra será submetida a diferentes tratamentos alcalinos, como hidróxido de alumínio e hidróxido de sódio.

Este trabalho propõe a análise do comportamento da fibra de sisal, tanto em seu estado *in natura* quanto após diferentes tratamentos alcalinos. Serão avaliados aspectos como cristalinidade, morfologia, resistência à tração, caracterização térmica, percentual de umidade absorvida e aspectos visuais após o tratamento.

Avaliar o comportamento do poliuretano (PU) puro sem reforço, em comparação com compósitos produzidos utilizando a fibra tratada com hidróxido de sódio e hidróxido de alumínio. A análise será realizada por meio de ensaios de morfologia, resistência à tração, flamabilidade horizontal e dureza Shore D.

### 1.2.2. Objetivos específicos

Este trabalho tem como objetivos específicos o desenvolvimento de compósitos poliméricos com matriz de poliuretano derivada de óleo vegetal, utilizando uma mistura entre pré-polímero e polioliol na proporção 1:1. Para o reforço da matriz, será aplicada fibra de sisal natural com comprimento aproximado de 60 mm, superior ao comprimento crítico ( $l_c$ ), conforme indicado por Angrizani et al., (2014). A incorporação das fibras será realizada na proporção de 35% em massa, com o intuito de avaliar sua influência nas propriedades mecânicas, térmicas e morfológicas dos compósitos.

Adicionalmente, será realizado o tratamento químico das fibras de sisal em soluções de hidróxido de sódio (NaOH a 10% m/v) e hidróxido de alumínio

( $\text{Al}(\text{OH})_3$  a 10% m/v), com o objetivo de reduzir impurezas superficiais e promover uma melhor adesão entre a matriz e o reforço. Pretende-se investigar os efeitos desses tratamentos na remoção de hemicelulose e lignina, bem como sua contribuição para o aumento da cristalinidade da fibra. Os compósitos obtidos serão caracterizados com foco no desempenho em ensaios de resistência à tração, estabilidade térmica, dureza, flamabilidade e análise morfológica da fração.

Com o intuito de investigar a influência de diferentes tratamentos químicos na performance dos compósitos, este trabalho propõe a aplicação de hidróxido de alumínio  $\text{Al}(\text{OH})_3$  como agente modificador da fibra de sisal, visando avaliar sua capacidade de promover estabilidade térmica à fibra isolada e melhorar o desempenho do compósito frente à ação da chama. A escolha desse reagente se fundamenta em sua possível atuação como retardante de chama, além de seu potencial em induzir alterações estruturais que favoreçam uma combustão mais controlada e gradual nos materiais finais.

Paralelamente, será empregado o hidróxido de sódio ( $\text{NaOH}$ ) com o objetivo de verificar sua efetividade na melhoria da resistência mecânica dos compósitos. A hipótese central é que o  $\text{NaOH}$ , por meio da remoção seletiva de lignina e hemicelulose, pode expor regiões mais cristalinas da celulose, aumentando a aderência entre a matriz de poliuretano e a fibra natural. Dessa forma, busca-se compreender de forma comparativa como cada tratamento contribui para propriedades distintas dos compósitos: enquanto o  $\text{Al}(\text{OH})_3$  está associado ao desempenho térmico e à flamabilidade, o  $\text{NaOH}$  será avaliado com ênfase nas propriedades mecânicas.

Avaliar e comparar o comportamento isolado da fibra de sisal in natura e das fibras tratadas com hidróxido de sódio e hidróxido de alumínio, com ênfase em propriedades como cristalinidade, teor de umidade, resistência à tração, estabilidade térmica e morfologia superficial. Analisar o desempenho de compósitos poliméricos com matriz de poliuretano derivado de óleo vegetal, formulados com e sem reforço de fibra de sisal tratada, a fim de investigar a influência de cada tipo de tratamento químico nas propriedades físicas, mecânicas, térmicas

e de flamabilidade dos materiais obtidos, considerando parâmetros como densidade aparente, resistência à tração, morfologia da fratura, dureza Shore D e comportamento frente à chama.

### 1.3. JUSTIFICATIVA

A preocupação ambiental vem ganhando cada vez mais destaque no cenário mundial, sendo necessário a geração de novas tecnologias que garanta o desenvolvimento sustentável e a consequente proteção ambiental e do clima.

A exploração do petróleo vem sendo utilizada há vários anos como fonte de matéria-prima para a indústria na fabricação de polímeros. Essa atividade é responsável pela emissão de gás metano na atmosfera, um dos gases básicos para o efeito estufa, especialmente devido à queima de combustíveis fósseis. Durante a COP26, realizada na cidade de Glasgow, na Escócia, o governo brasileiro comprometeu-se a reduzir em 50% as emissões de gases que colaboram para o efeito estufa até 2030.

A sintetização do poliuretano (PU) ocorre devido à reação entre isocianato e poliol, que contêm hidroxilas livres. O poliol poliéter foi um dos primeiros utilizados no desenvolvimento do PU e continua sendo amplamente empregado. Geralmente, é fabricado pela reação de um diácido com um diol em excesso, como o etilenoglicol, um álcool tóxico derivado do petróleo. No presente trabalho, será utilizado um diol formado por óleos vegetais, representando uma alternativa sustentável para a redução do uso de combustíveis fósseis e a utilização de energia renovável na produção do PU (COUTINHO; DELPECH, 1999).

Além da substituição do poliol derivado do petróleo por poliol produzido a partir de óleos vegetais, destaca-se também a aplicação de fibras naturais, como o sisal, como material de reforço na estrutura do compósito. A aplicação de fibras naturais e óleos vegetais auxilia na criação de materiais mais sustentáveis e menos agressivos ao meio ambiente, com maior biodegradabilidade em comparação aos compósitos fabricados com fibras sintéticas. Dessa forma, os materiais

tornam-se menos prejudiciais à saúde humana e promovem a manutenção e preservação do meio ambiente.

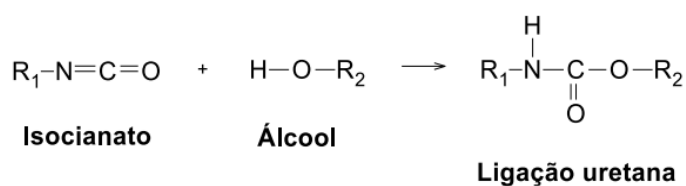
A proteção e conservação do meio ambiente têm ocupado um lugar de destaque nos debates internacionais. Com isso, cresce a busca pelo desenvolvimento de materiais que sejam economicamente viáveis e ambientalmente favoráveis, ganhando cada vez mais relevância na indústria. Portanto, além de se concentrar no projeto de desenvolvimento de novos produtos, é igualmente essencial considerar o descarte e o fim da vida útil desses materiais.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA

### 2.1. POLIURETANO

O poliuretano (PU) é sintetizado por meio de uma reação de poli adição em etapas, envolvendo isocianato e polioliol. Diferentemente da maioria dos polímeros que possuem unidades monoméricas bem definidas, o PU não tem uma fórmula empírica que represente sua macromolécula. Ele é comumente descrito por suas unidades monoméricas principais, isocianato e polioliol, que reagem para formar ligações de uretano, descobertas por Otto Bayer em 1937, conforme mostrado na Figura 1 (SILVA, 2003).

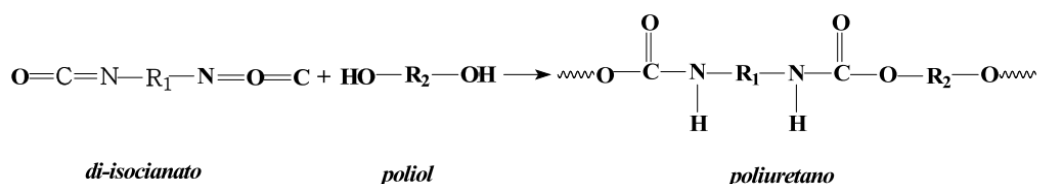
**Figura 1** - Reação de formação de uma ligação uretana



Fonte: Silva, 2003

As reações de síntese dos poliuretanos (PU's) sucedem por meio da adição de moléculas bifuncionais de isocianatos e de um polioliol que possui mais do que duas hidroxilas livres, conforme representado na Figura 2.

**Figura 2** - Reação de formação do poliuretano (PU)



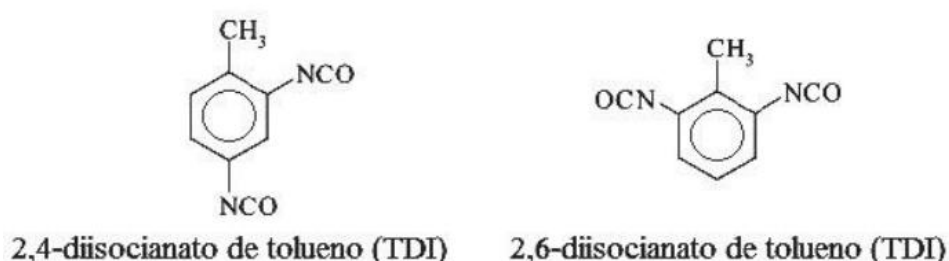
Fonte: Silva, 2003

Os poliuretanos podem ser sintetizados com uma variedade de estruturas, resultando em inúmeras propriedades físicas e químicas. Os isocianatos podem ser aromáticos, alifáticos, cicloalifáticos ou policíclicos, permitindo a obtenção de materiais rígidos, elastoméricos e expandidos, o que confere aos PU's uma posição de destaque no mercado mundial de polímeros sintéticos (CARVALHO, 2014). Dados indicam que o consumo per capita de PU no Brasil é de aproximadamente 1,71 kg por habitante (SOUZA, 2013).

O poliuretano (PU) é classificado como um copolímero devido à disposição dos diferentes meros que estão organizados em blocos na cadeia polimérica. Essa estrutura é composta por um segmento rígido, proveniente do isocianato, alternando com um segmento flexível, oriundo do polioliol, o que confere o caráter elastomérico à matriz (PACHECO, 2006).

Os diisocianatos aromáticos são os que possuem a maior aplicação industrial, o diisocianato de tolueno TDI e o diisocianato de difenilmetano (MDI), sendo as principais soluções utilizadas no preparo de polímeros rígidos, expandidos (espumas rígidas, semirrígidas e flexível) e elastomérica. O TDI apresentado na Figura 3 pode ser encontrado comercialmente para vender na forma de uma mistura dos isômeros 2,4 e 2,6 nas proporções de 80/20 e 65/35, respectivamente. Esses dois isômeros se diferenciam pela maior reatividade do 2,4 em relação ao 2,6. Portanto, a mistura 80/20 é mais reativa que a 65/35, tendo uma maior aplicação na fabricação de espumas flexíveis (CARVALHO, 2014).

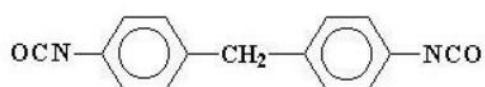
**Figura 3** -Estrutura química isômeros de tolueno diisocianato (TDI)



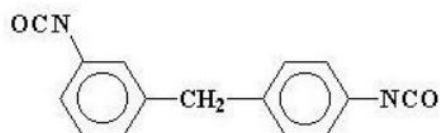
Fonte: Carvalho, 2014

O MDI demonstrado na Figura 4 pode ser encontrado com isômeros 4,4, 2,4 e 2,2 na forma pura que apresenta baixo ponto de fusão, sendo sólido na temperatura ambiente. Para a indústria o MDI é comercializado na forma líquida, conhecido como MDI-cru. Onde é mais utilizado na produção de espumas rígidas e semirrígidas (CARVALHO, 2014).

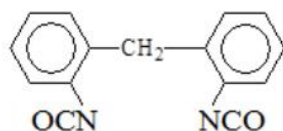
**Figura 4** -Estrutura química diisocianato de difenilmetano (MDI)



4,4'-diisocianato de difenilmetano



2,4'-diisocianato de difenilmetano

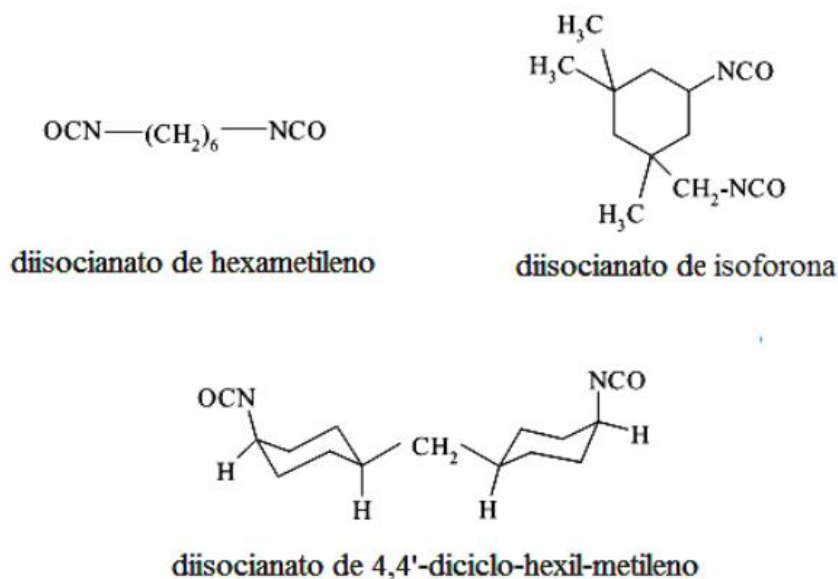


2,2'-diisocianato de difenilmetano

Fonte: Carvalho, 2014

Os diisocianatos alifáticos, em comparação com os aromáticos, são menos reativos e não apresentam mudanças de coloração quando expostos à luz. Entre os isocianatos alifáticos mais utilizados na produção de poliuretanos, destacam-se o hexametileno diisocianato (HDI), o isoforona diisocianato (IPDA) e o 4,4-diciclohexilmetano diisocianato (H12MDI), como ilustrado na Figura 5, sendo amplamente empregados na fabricação de tintas e vernizes (Souza, 2013).

**Figura 5** - Estrutura química isocianatos alifáticos



Fonte: Carvalho 2014

O poliól é quimicamente mais estável em comparação com o diisocianato e, por isso, é o componente onde são adicionados aditivos que promovem mudanças estruturais, catalisam reações e conferem propriedades específicas, como cor, expansão, resistência a chama e características mecânicas. Comercialmente, os polióis mais utilizados são derivados de poliéteres, poliésteres ou óleos vegetais, destacando-se principalmente o óleo de mamona (CARVALHO, 2014).

Os polióis poliéteres são obtidos a partir do óxido de etileno, um subproduto do petróleo. Entre os mais utilizados para a síntese de espumas flexíveis estão o poli (óxido de propileno) glicol e os copolímeros de poli (óxidos de propileno/etileno) glicóis (PPG's). Além disso, outros polióis poliéteres, como o poli (óxido de tetrametileno) glicol (PTMEG ou PTHF), são amplamente aplicados em fibras e elastômeros de poliuretano (PU) de alto desempenho, devido à sua excelente resistência à hidrólise e à atividade microbiana (SOARES, 2012).

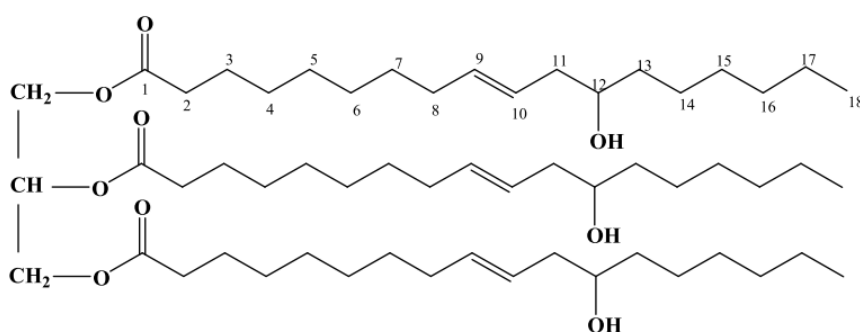
Os polióis poliéster são obtidos pela reação de um diácido orgânico com um glicol, podendo formar cadeias alifáticas, voltadas para aplicações de alto

desempenho, ou aromáticas, geralmente empregadas em espumas rígidas. Esses poliésteres possibilitam a formação de polímeros mais coesos, com melhores propriedades mecânicas e maior tendência à cristalização à temperatura ambiente. Além disso, apresentam alta resistência estrutural a óleos, solventes e oxidação, bem como maior resistência à tração, rasgamento, corte, abrasão, adesão e estabilidade dimensional (SOARES, 2012).

Os polióis à base de óleo vegetal têm ganhado grande destaque, pois a busca por materiais biodegradáveis abre caminho para a substituição progressiva de recursos fósseis por fontes naturais. Estudos indicam que os polímeros biodegradáveis sofrem cisão das ligações na cadeia polimérica por meio de forças químicas, físicas ou biológicas, sendo que a cristalinidade exerce um efeito negativo na biodegradabilidade do material (SOUZA, 2013).

Os polióis originários de óleos vegetais são quimicamente constituídos por triglicerídeos de ácidos graxos (CARVALHO, 2014). Apresentam uma estrutura carbônica variando entre 12 e 18 carbonos, podendo conter de duas a três insaturações por molécula, conforme ilustrado na Figura 6.

**Figura 6** - Estrutura química formação de triglicerídeos



Fonte: Carvalho, 2014

No presente trabalho, será utilizado óleo de base vegetal para a síntese do poliuretano. Um dos polióis mais amplamente empregados é o óleo de mamona, que possui em sua composição cerca de 89% de um único triglicerídeo. Esse óleo é considerado um produto de elevada pureza e não comestível

devido à existência de grupos hidroxila em sua composição, conforme apresentado no Quadro 1.

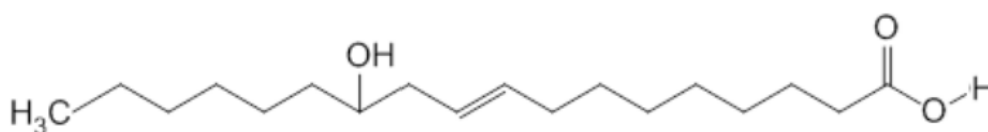
**Quadro 1** - Composição ácido graxo

Ácido graxos	Porcentagem
Ácido Ricinoleico	89,5%
Ácido Linoleico	3,0%
Ácido Esteárico	1,0%
Ácido Palmítico.	1,0%
Ácido Dihidroxiesteárico	0,7%
Ácido Licosanoico	0,3%
Ácido Linolênico	0,3%

Fonte: Carvalho, 2014

O ácido ricinoleico, um poliálcool de origem natural, apresenta grupos hidroxila em sua cadeia carbônica, com uma insaturação no 9º carbono e uma hidroxila no 12º carbono em sua estrutura molecular, conforme ilustrado na Figura 7. Este ácido contém, em média, 164 mgKOH g<sup>-1</sup> de hidroxilas, sendo ideal para a produção de poliuretanos semi-flexíveis e semi-rígidos, mas apresentando baixa massa molar para a produção de poliuretanos rígidos. Uma alternativa para aumentar sua massa molar é a modificação química por meio da transesterificação do óleo utilizando glicerol, o que eleva o número de hidroxilas terminais e cadeias curtas, alcançando valores entre 420 e 430 mgKOH g<sup>-1</sup>, favorecendo uma maior reticulação no sistema final do poliuretano (SOUZA, 2013).

**Figura 7** - Estrutura química ácido 12-hidroxi-9-octadecenoico



Fonte: Carvalho, 2014

As espumas de poliuretano são classificadas como flexíveis ou rígidas, conforme o tipo de polioli empregado. Espumas flexíveis são subdivididas em baixa densidade, compostas por células abertas e com densidade variando entre 0,01 e 0,08 g/cm<sup>3</sup>, e alta densidade, com densidade superior a 0,1 g/cm<sup>3</sup>. A preparação de espumas flexíveis é realizada a partir de polióis com massa molecular relativamente elevada, variando de 1000 a 6000 g/mol, e grau de funcionalidade entre 1,8 e 3 (PACHECO, 2006).

As espumas rígidas possuem uma estrutura polimérica altamente reticulada, com um número grande de segmentos (ou domínios) rígidos e de células fechadas ou parcialmente fechadas. Polioli para espumas rígidas apresentam massa molecular que varia de 250 a 1000 e alta funcionalidade de 3 a 12 e cadeias carbônicas curtas. Possuem boas propriedades de resistência mecânica, alta capacidade de absorção de impacto, podem suportar temperaturas próximas de 200° C e possuem baixa condutividade térmica (SOUSA, 2013).

### **2.1.1. Sintetização do poliuretano**

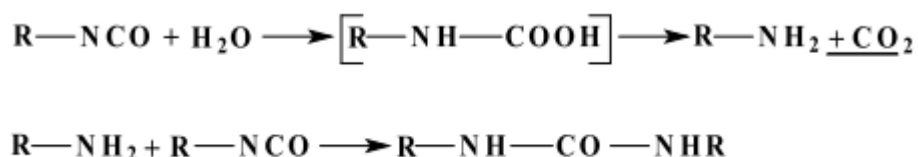
Os aspectos químicos presentes na síntese do poliuretano envolvem uma reação de adição entre um isocianato e um composto que contém hidrogênio ativo, geralmente um polioli, resultando na formação de grupos de ligações uretano. Durante o processo de polimerização, podem ocorrer reações simultâneas, sejam desejadas ou indesejadas, que influenciam a composição química do material (SOARES, 2012). É essencial manter uma relação estequiométrica adequada entre o isocianato e o polioli, pois isso é crucial para alcançar a massa molar necessária que garantirá as propriedades físico-mecânicas ideais do poliuretano. Essa relação determina a proporção entre segmentos rígidos e flexíveis, caracterizando o tipo de material obtido (CARVALHO, 2014).

Outra reação paralela que ocorre é entre o isocianato e a água, originando o ácido carbâmico, um composto de baixa estabilidade que se decompõe em amina e dióxido de carbono. Essa reação é desejada na formulação de poliure-

tanos expandidos, mas indesejada na produção de poliuretanos estruturais, rígidos ou elastoméricos, que não devem conter bolhas em sua composição (CARVALHO, 2014).

O dióxido de carbono, gerado pela reação entre a água e o isocianato, atua como agente de expansão da massa polimérica e auxilia na formação das células ou poros. A amina, por sua vez, reage com outra molécula de isocianato, formando ureia. Dessa forma, a quantidade de água presente na sintetização influencia diretamente na produção de  $\text{CO}_2$ , podendo ocasionar alterações nas propriedades do material, como a densidade das espumas geradas. A Figura 8 ilustra as reações químicas entre o isocianato e a água (SOARES, 2012).

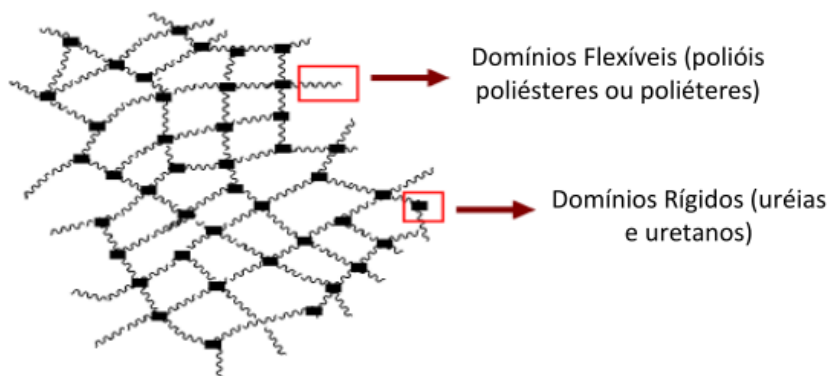
**Figura 8** - Reações químicas entre o isocianato e água



Fonte: Soares, 2012

Os domínios rígidos do polímero são compostos por grupamentos uretanos e ureias, conectados por pontes de hidrogênio, que desempenham um papel essencial na formação da estrutura de células abertas. Isso ocorre devido às fortes interações que formam agregados de tamanhos variados, conhecidos como esferas de poliureias, contribuindo diretamente para o grau de reticulação do polímero. Por outro lado, os domínios flexíveis derivam das cadeias carbônicas do polioliol utilizado na polimerização, como representado na Figura 9, que ilustra os domínios rígidos e flexíveis (SILVA, 2003).

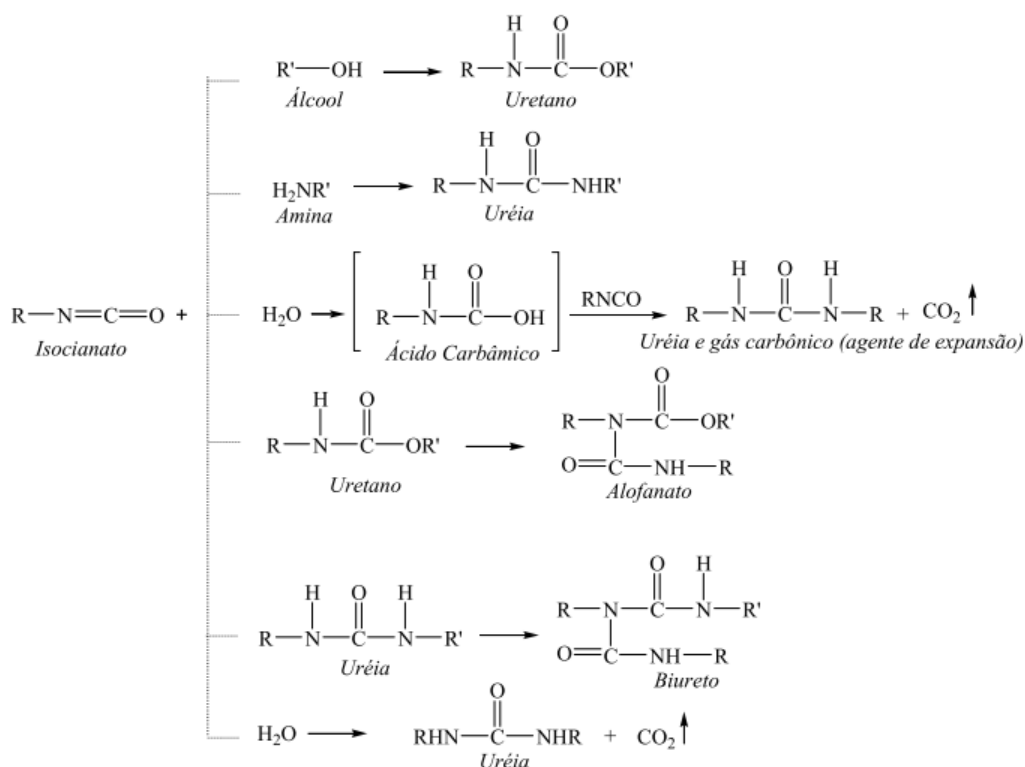
**Figura 9** - Domínios rígidos e flexíveis estrutura do Poliuretano



Fonte: Silva, 2003

O processo de polimerização é exotérmico devido à liberação de calor durante a reação, o que pode provocar reações secundárias. Nas temperaturas entre 120 °C e 150 °C, ocorre a formação de alofanatos quando há excesso de isocianatos reagindo com as ligações uretânicas, gerando segmentos moleculares que promovem crescimento em três ou mais direções, elevando o grau de entrecruzamento das cadeias. Já nas temperaturas entre 100 °C e 150 °C, pode ocorrer a formação de biuretos, provenientes da reação do diisocianato com a água, que também contribuem para aumentar o grau de entrecruzamento no poliuretano. A Figura 10 apresenta as reações relacionadas ao grupo isocianato (SILVA, 2003).

**Figura 10** - Relação entre isocianato com grupos álcool, amina, ureia e uretano



Fonte: Silva, 2003.

No decorrer da síntese do poliuretano podem ser acrescentados aditivos como, catalisadores, surfatantes, extensores de cadeia e retardante de chama.

Os catalisadores mais utilizados no processo de polimerização são as amidas terciárias e compostos organometálicos, destacando-se os de base de estanho (dioctoato de estanho II) (SOARES, 2012). A amida terciária catalisa a reação entre o isocianato e água, os compostos organometálicos atuam diretamente na reação de polimerização (ou gelificação). Uma quantidade excessiva do catalisador de composto organometálicos torna a reação mais viscosa e consequentemente não ocorre o rompimento das paredes das células, impermeável ao ar e pode encolher após a cura, já uma quantidade insuficiente desse catalisador acarreta um maior tempo para o polímero gelificar, ou seja, a reação escoa quando expandido, o que ocasiona trincas no bloco da espuma.

Os catalisadores de expansão, como as amidas terciárias, quando utilizados em excesso, podem causar o colapso na formação do poliuretano e a carbonização interna devido à alta exotermia da reação. Outro insumo importante

são os surfactantes, geralmente silicones, que desempenham um papel crucial na emulsificação, promovendo a dispersão dos reagentes e facilitando a ocorrência das reações químicas no sistema, o que permite maior controle sobre o tamanho das células. No entanto, o uso excessivo de surfactantes pode resultar na diminuição do tamanho das células, no aumento da quantidade delas e na possível prevenção da abertura das células (SILVA, 2003).

Os retardantes de chamas atuam no processo de queima de materiais inflamáveis, diminuindo ou até mesmo extinguindo a ação da combustão, sendo classificados como inorgânicos ou orgânicos. Dados demonstram que a utilização de retardantes inorgânicos representa mais de 50% do consumo, destacando-se o uso de alumina tri hidratada ou hidróxido de alumínio. Atuando na absorção do calor e conseqüentemente diminuindo a propagação das chamas (SILVA, 2003).

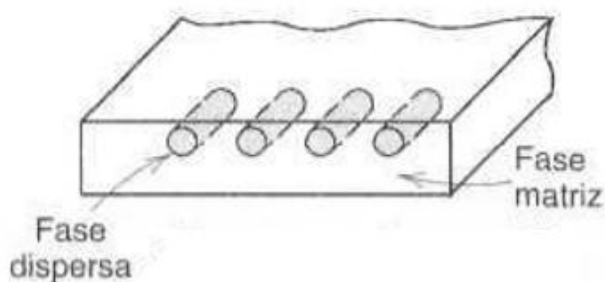
## 2.2. MATERIAIS COMPÓSITOS

Os compósitos são definidos como combinações macroscópicas de dois materiais com propriedades distintas, visando a obtenção de um produto (compósito) cujas propriedades sejam superiores às dos componentes individuais da mistura (OLIVEIRA, 2013).

Na natureza, é possível encontrar diversos exemplos de materiais compósitos, como a madeira, que é composta por fibras de celulose revestidas por lignina e hemicelulose (SHACKELFORD, 2008).

A estrutura dos materiais compósitos é constituída por uma fase contínua, denominada de matriz que pode ser formada por material (metálico, polímero ou cerâmico) e outra fase chamada de dispersa é composta por um elemento que pode atuar como reforço estrutural ou como agente de preenchimento. A matriz é responsável por manter a integridade estrutural do material por meio da ligação com a fase dispersa em virtude de suas características coesivas e adesivas, além de transferir o carregamento mecânico para o reforço (OLIVEIRA, 2013). A Figura 11 representa as fases matriz e dispersa em um material compósito.

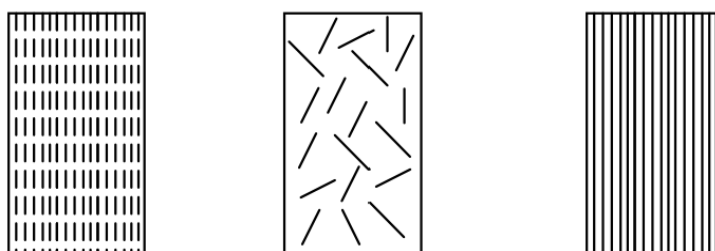
**Figura 11** - Composição de um material compósito



Fonte: Calister, 1999

Os materiais compósitos podem ser classificados em três categorias principais: compósitos com reforço particulado, compósitos com reforço fibroso e compósitos estruturais (CALLISTER, 1999). Entre esses, os compósitos reforçados com fibras naturais têm recebido destaque devido à sua elevada relação resistência/peso, boa rigidez e caráter biodegradável, o que os torna alternativas promissoras aos reforços sintéticos, especialmente em aplicações que exigem materiais sustentáveis. A orientação das fibras em compósitos pode ser contínua ou descontínua (curta), com distribuição alinhada ou aleatória, sendo possível obter as fibras em diferentes formas e geometrias. De modo geral, fibras contínuas são comumente alinhadas, enquanto fibras descontínuas podem ser totalmente aleatórias, parcialmente orientadas ou alinhadas. A distribuição uniforme das fibras tende a proporcionar uma combinação otimizada de propriedades no compósito, como ilustrado na Figura 12.

**Figura 12** - Orientação da fibra, alinhada, aleatória e contínua



Fonte: Calister, 1999

As respostas mecânicas de um material compósito com fibras uniformes dependem do comportamento tensão-deformação das fibras e da matriz, das frações volumétricas das fases e da direção em que a tensão é aplicada. Esses materiais apresentam maior rigidez e resistência mecânica na direção longitudinal das fibras, enquanto demonstram baixo desempenho mecânico na direção transversal, sendo que a resistência do material, neste caso, é controlada exclusivamente pelas propriedades da matriz. Em comparação às fibras uniformes, as fibras descontínuas oferecem menor eficiência de reforço, mas apresentam maior facilidade no processamento, permitindo sua conformação em formas mais complexas (MERLINI, 2011).

Uma influência importante na característica mecânica dos compósitos reforçados com fibra é o comprimento das fibras, que deve ser suficiente para atuar como agente de reforço eficiente, permitindo a transferência das tensões da matriz para as fibras e promovendo o aumento da resistência e o enrijecimento do material compósito. Esse comprimento adequado é denominado comprimento crítico da fibra ( $\ell_c$ ). O comprimento crítico depende do diâmetro da fibra, do limite de resistência à tração da fibra ( $\sigma_f$ ) e da tensão de cisalhamento que ocorre entre a fibra e a matriz ( $\zeta_c$ ), sendo determinado por meio do ensaio de arrancamento de fibras, conhecido como ensaio de pull-out, conforme ilustrado na Equação 1 (CALISTER, 1999).

$$\ell_c = \frac{\sigma_f \cdot d}{2\tau_c} \quad (1)$$

O ensaio de pull-out é realizado utilizando uma máquina universal de ensaios e consiste em arrancar a fibra embutida do material, conforme representação esquemática apresentado na Figura 13.

**Figura 13** - Representação ensaio de pull - out



Fonte: Merlini, 2011

A partir da força aplicada durante o ensaio e do comprimento retirado da fibra da matriz, é possível determinar a tensão de cisalhamento de acordo com a Equação 2 que apresenta a fórmula para o cálculo da tensão de cisalhamento (MERLINI, 2011).

$$\tau_c = \frac{F_d}{d\pi.\ell_e} \quad (2)$$

Onde:

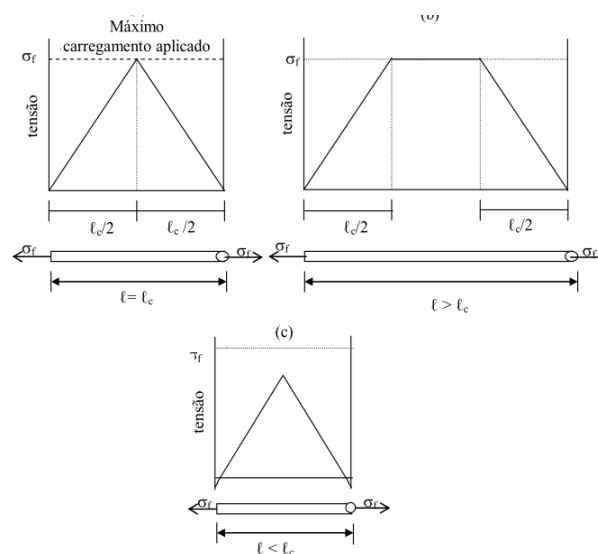
$F_d$  : força de arrancamento da fibra obtida no ensaio de tração,

$d$ : diâmetro da fibra medido microscopicamente,

$\ell_e$ : comprimento da fibra embutido na resina.

No momento que a tensão é aplicada a fibra que possui comprimento igual ao comprimento crítico, a carga máxima é atingida somente no eixo central da própria fibra. Com o aumento do tamanho da fibra o reforço se torna mais efetivo, pois o carregamento é distribuído ao longo da fibra, porém se o comprimento da fibra for menor que o comprimento crítico, não existe uma transferência efetiva da tensão, apresentando deformações ao redor das fibras. A Figura 14 apresenta os perfis de tensão versus comprimento da fibra.

**Figura 14** - Perfil deformação x comprimento da fibra



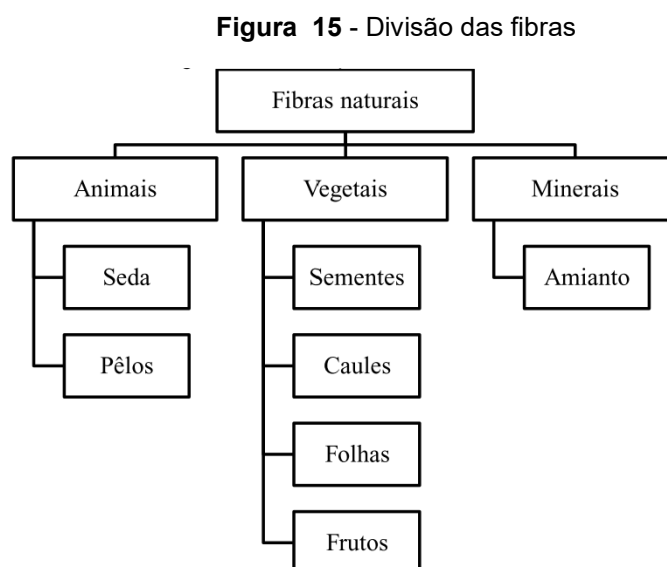
Fonte: Merlini, 2011

As fibras contínuas geralmente possuem comprimentos 15 vezes maior que o comprimento crítico ( $l > 15 l_c$ ), enquanto as fibras descontínuas ou curtas possuem comprimentos menores que este (MERLINI, 2011).

### 2.3. FIBRAS NATURAIS

Atualmente existe uma busca crescente na pesquisa por materiais de fontes renováveis que possuam propriedades compatíveis para a substituição de materiais sintéticos, dentre eles as fibras utilizadas como reforço em materiais compósitos. Uma alternativa que vem sendo encontrada é a utilização de fibras naturais como material de reforço, sendo encontradas na natureza de origem animal, mineral e vegetal.

As fibras naturais podem ser classificadas de acordo com sua origem em animal, mineral e vegetal. As fibras de origem animal são compostas por proteínas específicas, como a seda e a lã. Já as fibras minerais incluem o amianto, enquanto as fibras vegetais, constituídas principalmente de celulose, englobam opções como algodão, cânhamo, juta e sisal. A Figura 15 ilustra a divisão das fibras naturais (BORGES, 2019).



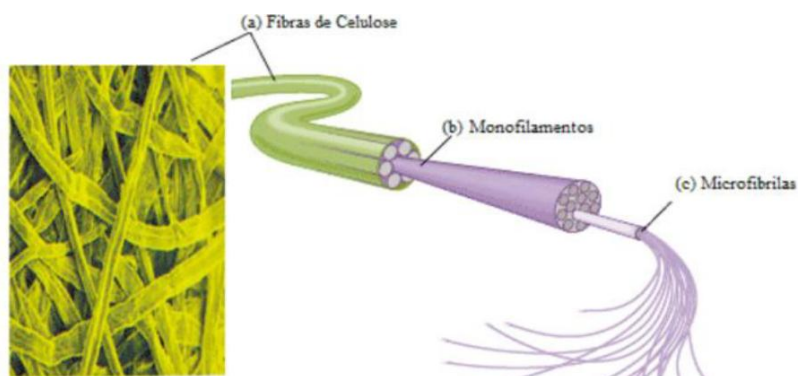
Fonte: Borges, 2019

As fibras lignocelulósicas, de origem vegetal, são amplamente empregadas na indústria têxtil, na fabricação de vassouras e artigos decorativos, além de serem utilizadas como reforço em matrizes poliméricas (PACHECO, 2006). Compostas por celulose, lignina e hemicelulose, essas fibras apresentam vantagens em relação às sintéticas, como menor custo, baixa densidade, menor abrasividade e menor consumo energético para o processamento (MERLINI, 2011). Entretanto, possuem limitações, como baixa adesão à matriz, alta higroscopicidade—fator que pode comprometer as propriedades mecânicas dos compósitos e reduzir sua vida útil—, além da vulnerabilidade a microrganismos e da variação das propriedades mecânicas, que dependem da estrutura, do local de extração e das condições de processamento (PACHECO, 2006).

As fibras de origem vegetal podem ser classificadas de acordo com sua origem, como sementes, caules, frutos, raízes ou fibras das folhas. Um exemplo é a fibra de sisal, que será abordada no presente trabalho. As fibras provenientes dos caules ou folhas, também conhecidas como fibras duras ou estruturais, são amplamente utilizadas como reforço em matrizes poliméricas (SILVA, 2003).

A formação estrutural de uma fibra vegetal é constituída de diversos monofilamentos e cada monofilamento possui microfibrilas e cada microfibrila é formada por uma estrutura complexa composta por paredes celulares, conforme Figura 16 (BORGES, 2019).

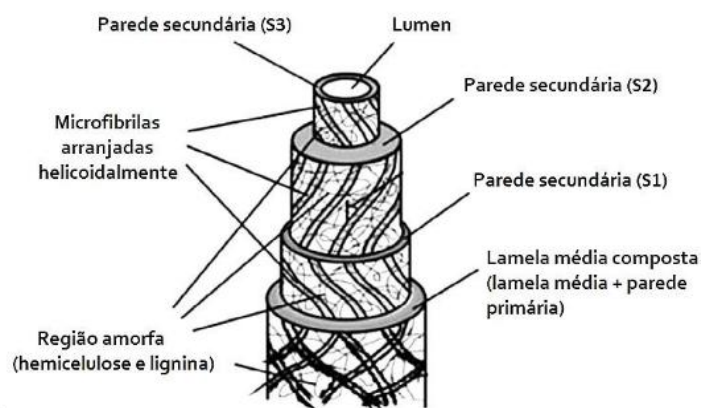
**Figura 16** - Estrutura das fibras lignocelulósicas



Fonte: Merlini, 2011

A parede celular ou parede primária é a região que possui a maior parte dos componentes não celulósicos e forma a superfície da fibra. É constituída por três camadas secundárias composta de micro fibrilas arranjadas de forma helicoidal em cada camada e por um canal central denominado de lúmen, responsável pelo transporte de nutrientes e água. Conforme Figura 17. As micro fibrilas possuem normalmente um diâmetro que varia entre 10-30 nm e são compostas por 30 a 100 moléculas de celulose na conformação de cadeia estendida (JUNIOR, 2019).

**Figura 17** - Representação esquemática da estrutura da fibra vegetal



Fonte: Junior, 2019

As fibras vegetais apresentam uma estrutura complexa, sendo considerado como compósitos naturais de fibras de celulose unidas por uma matriz de lignina e hemicelulose com regiões cristalinas e amorfas.

A celulose é o principal componente da fibra com maiores percentuais mássicos, sendo responsável pela ligação das fibras ao polímero e pela resistência mecânica, com estrutura molecular semicristalina resistente a álcalis (17,5%), porém facilmente hidrolisada por ácidos. A Tabela 1 apresenta valores de densidade e constituintes químicos de algumas fibras vegetais (JUNIOR, 2019).

**Tabela 1** - Densidade e constituintes químicos das fibras vegetais

Fibra	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)
Algodão	1,5	50,6	28,4	23,1
Banana	1,5	60 – 65	6 – 8	5 – 10
Curauá	1,4	70,7	21,1	7,5
Juta	1,3 – 1,4	60	22,1	15,9
Linho	1,5	71	18,6 – 20,6	2,2
Sisal	1,5	74 – 75	10 – 13,9	7,6 – 7,9
Arroz	-	43,2	31,7	16,9

Fonte: Junior, 2019

A hemicelulose é um polissacarídeo amorfo ligadas por hidrogênio à celulose, fomentando a fase matriz juntamente com a lignina entre as micro fibrilas de celulose. São facilmente hidrolisadas em ácidos, hidrofílica e solúvel em soluções alcalinas (JUNIOR, 2019).

A rede lignina é hidrofóbica sendo responsável pela rigidez da parede celular da planta, além de atuar como agente de acoplamento e aumentar a rigidez do conjunto celulose/ hemicelulose (JUNIOR, 2019). Não são hidrolisáveis em ácidos, porém solúvel em soluções alcalinas (MERLINI, 2011).

Propriedades referentes a resistência à tração e o módulo de Young das fibras estão proporcionalmente relacionados ao teor de celulose. A rigidez da fibra é determinada de acordo com o ângulo micro fibrilar. Fibras mais dúcteis possuem uma orientação em espiral das micro fibrilas em relação ao eixo das fibras. Se estiverem orientadas paralelamente ao eixo da fibra proporciona alta resistência à tração, rigidez e serão inflexíveis (JUNIOR, 2019).

### 2.3.1. Fibra de Sisal

A cultura do plantio de sisal no Brasil, *Agave Sisalana* Figura 18, teve início em 1920. No entanto, os primeiros registros da cultura sisaleira, *Agave Fourcroydes*, foram realizados pelo povo Maia no México. Atualmente, o Brasil é o maior produtor mundial de sisal, contribuindo significativamente para o desenvolvimento socioeconômico da região semiárida do nordeste brasileiro, com uma produção anual de 183.000 toneladas (SILVA, 2003).

**Figura 18** - Planta originaria da fibra de sisal *Agave Sisalana*



Fonte: Silva, 2003

O processo de aquisição da fibra no campo consiste basicamente no corte da planta, desfibramento, lavagem/secagem e batimento da fibra (SILVA, 2003).

Uma importante característica do sisal é a capacidade de armazenamento de água no período de chuva para consumir no ciclo de seca o que facilita a adaptação em regiões secas, com solos rasos, pedregosos e com poucas chuvas, tornando-se uma excelente alternativa para cultivo no semiárido nordestino (SILVA, 2003).

A fibra de sisal por ser retirada das folhas é classificada como estrutural já que sua função é dar sustentabilidade e rigidez. A fibra é composta por aproximadamente 67 - 78% de celulose o que confere uma boa resistência mecânica, de 10-14% de hemicelulose, de 8-11% de lignina e densidade próxima de 1,45

g/cm<sup>3</sup>. Sendo utilizadas geralmente para produção de vassouras, cordas, redes, tapetes, dentre outros (SOARES, 2016).

As fibras de sisal são classificadas em longas quanto possui um comprimento superior a 90 cm, médio quando o comprimento varia entre 71 e 90 cm e curtas abaixo de 71 cm (SOUZA, 2013).

#### 2.4. INTERAÇÃO MATRIZ / FIBRA

A modificação superficial das fibras vegetais proporciona melhor adesão entre o reforço e a matriz, podendo ser utilizados métodos químicos e físicos para modificar a fibra e otimizar sua interação (SOARES, 2016).

Como mencionado, as fibras vegetais são basicamente constituídas de celulose que confere resistência mecânica além de ser a responsável pela ligação da fibra ao polímero (fase matriz). Também possui uma quantidade relativamente alta de hemicelulose e lignina que influencia nas características adesivas da fibra, tendo a lignina como um agente atuante no impedimento da difusão entre a matriz e a celulose devido a sua natureza hidrofóbica. Um dos métodos utilizados para aumentar a aderência das fibras vegetais é o tratamento alcalino ou mercerização, visto que tanto a hemicelulose quanto a lignina são solúveis em soluções alcalinas acarretando a remoção parcial de tais componentes. Além de atuar na remoção de ceras e graxas da superfície da fibra, o que proporciona um aumento na sua rugosidade e conseqüentemente melhora a aderência proveniente de uma ancoragem mecânica entre a fibra e a matriz (SILVA, 2003).

A remoção parcial da hemicelulose e lignina após o tratamento alcalino proporciona a fibra um melhor empacotamento das cadeias de celulose aumentando sua cristalinidade, reduzindo o diâmetro e a densidade da fibra, impactando diretamente em propriedades como: resistência mecânica, módulo de elasticidade e alongamento (SILVA, 2003).

A efetividade no tratamento da fibra depende de alguns fatores como concentração, tempo e temperatura que a fibra ficará exposta a solução alcalina.

Estudos mostraram que tratamentos mais severos provocaram uma maior desfibrilação, impactando a eficiência da fibra como reforço (SILVA, 2003).

Outros métodos utilizados para a eliminação da hemicelulose e lignina foi a utilização de um tratamento com peróxido de hidrogênio  $H_2O_2$  em meio básico isolando a celulose da fibra de sisal. Alguns autores relataram que após o pré-tratamento com solução alcalina e a utilização de peróxido de oxigênio o ensaio de espectroscopia não detectou a presença das bandas de absorção que são correlacionadas aos grupos químicos presentes na hemicelulose e lignina (SILVA, 2003).

### **3. MATERIAS E METÓDOS**

#### **3.1. MATERIAIS UTILIZADOS**

##### **3.1.1. Fibra de sisal**

A fibra utilizada neste trabalho foi adquirida em forma de fios finos, secos e de tonalidade amarelada em embalagem de 250 gramas, proveniente da APAEB Sisal – Associação Comunitária de Produção e Comercialização de Sisal com sede na cidade de Valente – BA. Sendo adquirido o material no comercio local da cidade de Petrópolis – RJ. Não consta na embalagem do produto informações referente a aplicação de tratamento prévio ou processo de lavagem das fibras durante seu processamento.

##### **3.1.2. Hidróxido de sódio NaOH**

No presente trabalho foi utilizado o hidróxido de sódio puro em escamas do fabricante ACS científica, com teor mínimo de 97,5% de pureza e peso molecular de 40,00 g/mol, adquirido pelo Centro Universitário de Volta Redonda na embalagem em formato de frasco contendo 1 Kg.

##### **3.1.3. Hidróxido de alumínio Al(OH)<sub>3</sub>**

O hidróxido de alumínio utilizado foi adquirido pelo Centro Universitário de Volta Redonda junto à empresa Êxodo Científica Química Fina Indústria e Comércio Ltda., apresentado em pó branco e acondicionado em frasco de 250 g. A utilização do reagente tem como principal característica a supressão de fumaça e maior estabilização térmica da fibra. Ensaio de TG realizado por Costa et al. (2012) indicaram que a fibra de sisal tratada com hidróxido de alumínio a 10% (m/v) atingiu uma estabilidade térmica próximo a temperatura de 250 °C. Na fibra sem tratamento químico foi evidenciado uma temperatura superficial máxima em torno de 190° C.

### 3.1.4. Poliuretano a base de óleo vegetal

A resina de poliuretano utilizada neste trabalho foi fornecida pela empresa Kehl Ind e Com Ltda – ME, localizada no município de São Carlos – SP. A denominação comercial da resina é IC200 para o componente A isocianato em forma líquida com uma tonalidade marrom escura e KDG1909 para o componente B polioliol também em formato líquido com uma tonalidade verde claro. No Quadro 2 é apresentado os valores de densidade, viscosidade e grupo químico de cada componente conforme informações constada na FISPQ dos produtos.

**Quadro 2** - Informações Isocianato componente A e Polioliol componente B

Polioliol (Componente B)	Isocianato (Componente A)
Grupo químico MDI	Grupo químico MDI
Densidade (25 °C) - 1,01 g/cm <sup>3</sup>	Densidade (21 °C) - 1,18 g/cm <sup>3</sup>
Viscosidade (29,7 °C) – 3662 mPa.s	Viscosidade (29,7 °C) – 196 cPs

Fonte: FISPQ KDG1909 / IC200

A Tabela 2 apresenta os dados referente a mistura dos componentes do IC200 / KDG1909 indicando que pode ser aplicado calor de até 100 °C para acelerar o processo de cura da mistura por no máximo 15 minutos. Outra informação importante é a relação estequiométrica entre isocianato/polioliol de 3:1 até 1:1 tornando a mistura mais rígida ou flexível respectivamente.

**Tabela 2** - Dados referente a mistura do KDG1909

Estado	Temperatura / Tempo
Temperatura de gel	25 °C – 30 minutos / 70 °C – 1 minuto
Temperatura de tato	25 °C – 3 horas / 100 °C – 15 minutos
Temperatura desmolde	25 °C – 1 hora / 100 °C – 15 minutos
Cura Total	25 °C – 8 horas / 100 °C – 30 minutos

Fonte: FISPQ KDG1909 / IC200

### 3.2. TRATAMENTO QUÍMICO FIBRA DE SISAL

A fibra de sisal foi tratada quimicamente com solução alcalina 10% m/v visando melhorar a aderência entre a fibra e matriz, removendo resíduos superficiais provenientes do processo de desfibramento e atuando na retirada de forma parcial da hemicelulose e lignina provocando maior exposição e acessibilidade da celulose e o aumento das ligações de hidroxilas. O tratamento alcalino pode atuar em possíveis alterações da fibra como; o aumento da área superficial, redução no diâmetro, aumento da densidade, tensão máxima, modulo de elasticidade, estabilidade térmica da fibra. Além da possível redução da absorção de água quando aplicado o tratamento com hidróxido de alumínio.

O procedimento de tratamento químico das fibras de sisal foi conduzido no laboratório de química do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA), seguindo protocolo adaptado da metodologia proposta por Silva et al. (2000).

Para o processo foram utilizados 60 gramas de fibra de sisal em formato de fios longos e secos. 4 litros de água destilada, utilizando-se a razão de 1 litro de água destilada para cada 15 gramas de fibra de sisal, conforme exposto por Silva et al. (2000). Composto químico de hidróxido de sódio e Alumínio 400 gramas de cada componente. Termômetro digital, modelo vareta, marca Incoterm de  $-45^{\circ} \sim 230^{\circ} \text{C}$ . Recipiente de alumínio para o processo de lavagem em água destilada. Bico de Bunsen. Fita de medição de pH. Balde plástico para o processo de mercerização da fibra na solução alcalina. Estufa com renovação de ar do fabricante DeLeo. Balança digital com precisão de duas casas decimais, modelo Bel S2202H do fabricante Bel Engineering.

A primeira etapa do tratamento químico foi a preparação e lavagem das fibras, que consiste na pesagem da fibra e aquecimento da água destilada até atingir a temperatura de  $85,5^{\circ} \text{C}$ . Conforme ilustrado na Figura 19.

**Figura 19** - Processo de lavagem da fibra de sisal

Fonte: Próprio autor, 2025

Durante o processo de lavagem da fibra de sisal, foi realizado o monitoramento da temperatura da solução ao longo do tempo, com o objetivo de verificar a estabilidade térmica do sistema. Inicialmente, a temperatura registrada foi de 85,5 °C, elevando-se progressivamente para 89,3 °C aos 15 minutos e 95,7 °C aos 30 minutos. A partir dos 45 minutos, observou-se a estabilização térmica do meio, com temperaturas de 98,7 °C e 98,4 °C aos 45 e 60 minutos, respectivamente. Esses dados indicam que a solução atinge condições térmicas adequadas para o tratamento químico da fibra a partir de 30 a 45 minutos de processo, garantindo maior efetividade na remoção de impurezas durante a etapa de mercerização.

Após a etapa de preparação e lavagem da fibra foi realizada a manipulação da solução alcalina. A solução alcalina foi preparada com 10% de massa em relação ao volume. Em seguida foi colocada a fibra já lavada em recipiente plástico para ficar em mercerização na solução alcalina pelo período de 1 hora com agitação manual. Conforme demonstrado na Figura 20.

**Figura 20** - Processo de mercerização da fibra

Fonte: Próprio autor, 2025

A última etapa do tratamento químico foi composta pelos processos de retirada da solução alcalina, através da lavagem da fibra em água destilada, repetida até a obtenção do pH 7, utilizando como controle de medição a fita de pH. Em seguida foi colocada a fibra para secagem em forno com renovação de ar a uma temperatura de 100° C por um período de 3 horas. A Figura 21 demonstra as últimas etapas do tratamento químico.

**Figura 21** - Processo de secagem da fibra

Fonte: Próprio autor, 2025

### 3.3. PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS

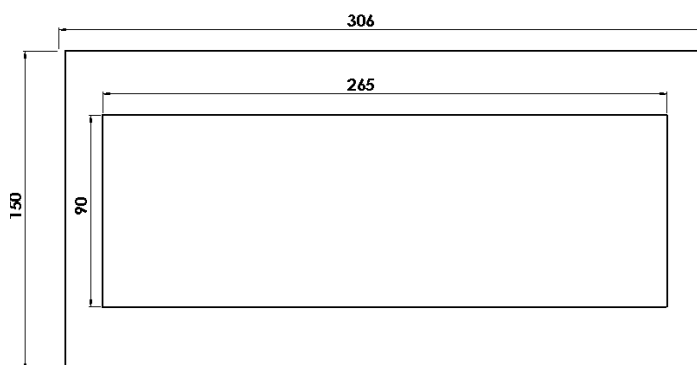
Esta seção descreve como foi realizado a produção dos compósitos, sendo descrito a preparação das fibras, a proporção da mistura e o procedimento para moldagem dos corpos de prova.

Para a produção dos corpos de prova foram empregados os seguintes materiais; Manta de silicone com espessura de 0,3 mm, placa de acrílico com espessura de 3mm, balança digital de precisão, cortador circular manual, resina de PU e fibra de Sisal.

Após a finalização do tratamento químico as fibras foram cortadas em processo manual com comprimento aproximado de 60 mm, o mesmo comprimento utilizado por Angrizani et al. (2014), que identificou um melhor desempenho nos ensaios de tração e menor percentual de vazios em estudo aplicando a fibra como reforço para a fabricação de compósito com matriz de poliéster.

O molde aplicado para a fabricação dos corpos de prova possui as seguintes dimensões 90 x 265 x 3 mm. Foi optado a confecção de um molde mais compacto com o intuito de reduzir a quantidade de defeitos durante o processo de moldagem. Sendo necessário fazer duas moldagens para a fabricação das amostras utilizadas no ensaio de tração norma ASTM D3039 e uma moldagem para o ensaio de flamabilidade horizontal ASTM D635. A Figura 22 representa o formato do molde utilizado.

**Figura 22** - Molde para fabricação do corpo de prova



Fonte: Próprio autor, 2025

A proporção da mistura utilizada no trabalho foi de 1:1 em massa dos componentes A (isocianato) e componente B (poliol), para obter um PU mais coeso seguindo a orientação do fabricante.

Antes da confecção dos corpos de prova fez-se necessário identificar a densidade da mistura, utilizando a fórmula da média ponderada conforme Equação 3. Para o cálculo foi utilizado a densidade de cada componente separadamente, isocianato 1,18 g/cm<sup>3</sup> e o poliol 1,01 g/cm<sup>3</sup>.

$$\rho_{\text{Mistura}} = \frac{V_{\text{Poliol}} * \rho_{\text{Poliol}} + V_{\text{Isocianato}} * \rho_{\text{Isocianato}}}{V_{\text{Poliol}} + V_{\text{Isocianato}}} \quad (3)$$

Outro dado importante para a fabricação das amostras foi determinar a densidade do PU na proporção de 1:1 após a cura total da resina. Para encontrar o valor procurado foram moldados corpos de prova em uma forma de silicone com formato hexagonal regular, conforme ilustrado na Figura 23.

**Figura 23** - Corpo de prova PU formato hexagonal

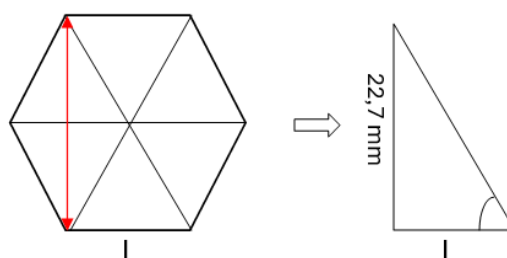


Fonte: Próprio autor, 2025

A distância entre as duas faces paralelas do hexágono regular foi medida utilizando um paquímetro da marca Mitutoyo com graduação de 0,05 mm. O valor medido nas amostras foi de 22,7 mm. Sabendo que o hexágono regular forma 6

triângulos equiláteros é possível determinar o lado da figura geométrica utilizando os conceitos de trigonometria, aplicando a Equação 4. Relação trigonométrica demonstrada na Figura 24.

**Figura 24** - Relação trigonométrica hexágono



Fonte: Próprio autor, 2025

$$Tg \theta = \frac{\text{Cateto Oposto}}{\text{Cateto Adjacente}} \quad (4)$$

Após a aplicação da Equação 4. Foi realizado a medição da altura (h) de todas as amostras para calcular o volume, conforme Equação 5 aplicada no cálculo para determinar o volume de um hexágono regular. Todas as amostras foram pesadas e a média da razão entre o peso e volume ( $\text{g/cm}^3$ ) foi o valor encontrado da densidade do PU totalmente curado na proporção 1:1.

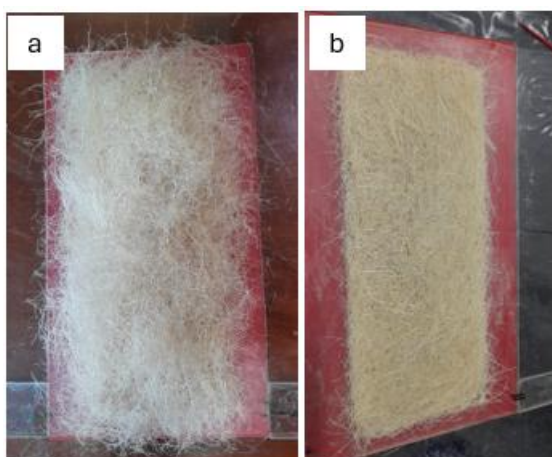
$$V = \frac{3l^2\sqrt{3}}{2} * h \quad (5)$$

Com os dados de densidade da mistura e do PU já curado, foi possível calcular o peso da fibra de sisal a ser aplicada em cada moldagem. Foi estabelecido o incremento de 35% de fibra de sisal na confecção de cada amostra, o que representou 12,7 gramas de fibra.

O procedimento para confecção dos compósitos foi realizado em duas etapas; sendo a primeira etapa a pesagem e moldagem da fibra no molde por compressão, colocando sobre a fibra um peso de aproximadamente 29,7 kg – 4 blocos de concreto por duas horas. A segunda etapa consistiu na preparação do

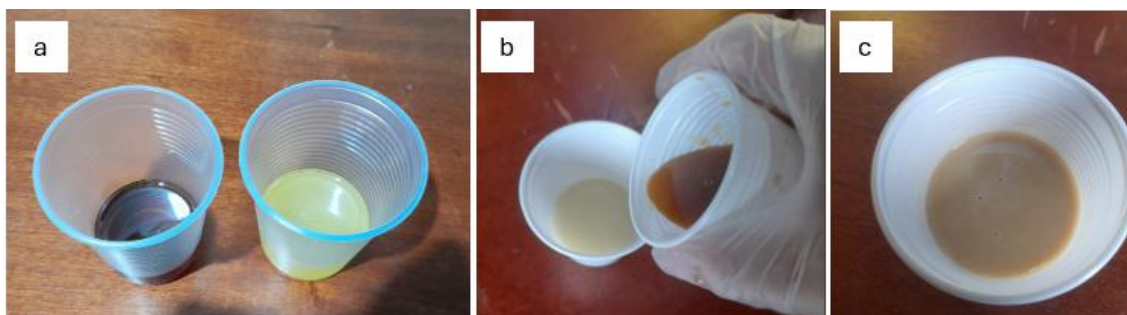
PU na proporção de 1:1. Aplicando o cálculo para o volume do molde e a equação 10 foi possível determinar o peso do isocianato e polioliol utilizado, sendo acrescido 15% a mais de cada componente devido a perdas consideradas durante o processo de preparo, como transferência de um recipiente para outro e resíduo que fica durante o processo de derramamento da mistura no molde. Para a preparação do PU foi obedecida a recomendação expressa pelo fornecedor de misturar vigorosamente cada componentes antes da mistura, sendo utilizado um misturador por um período de 5 minutos antes e após a mistura. A Figura 25 representa a moldagem da fibra a) antes da compressão e b) depois da compressão.

**Figura 25** - Preparativo para moldagem da fibra de sisal



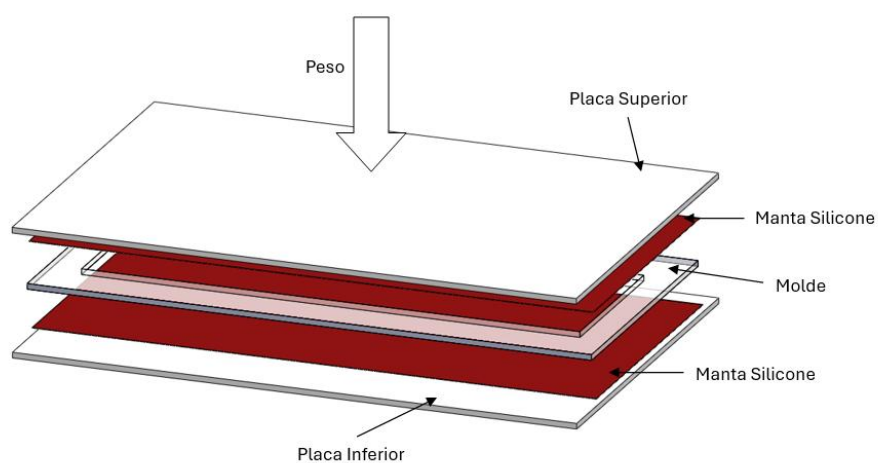
Fonte: Próprio autor, 2025

A figura 26 ilustra o processo de preparação do PU a) componentes individuais antes da mistura, b) componentes individuais após a mistura e c) mistura dos componentes.

**Figura 26** - Etapas do processo de mistura do PU

Fonte: Próprio autor, 2025

O processo de moldagem do compósito foi realizado por meio de expansão controlada, utilizando um molde de acrílico, uma manta de silicone como desmoldante e uma placa cega posicionada sobre o molde, onde foi aplicado um peso de aproximadamente 29,7 kg (quatro blocos de concreto), a fim de evitar a expansão livre do poliuretano (PU). A moldagem ocorreu à temperatura ambiente, com tempo de cura de quatro horas, necessário para desmoldar e realizar os cortes conforme as dimensões especificadas pelas normas ASTM D3039 e ASTM D635. A Figura 27 apresenta a vista explodida do dispositivo de moldagem utilizado.

**Figura 27** - Vista explodida dispositivo utilizado para moldagem do compósito

Fonte: Próprio autor, 2025

O procedimento para produção do compósito foi adotado de acordo com a mesma metodologia apresentado por Silva (2018). Primeiramente foram misturados o isocianato com o polioliol para produzir o PU e logo em seguida foi deramado a mistura na fibra já prensada no molde.

O quadro 3 apresenta o dimensional dos corpos de prova para os ensaios destrutivos, a massa de isocianato/polioliol na proporção utilizada no presente trabalho 1:1 e a massa da fibra na proporção 35% de reforço.

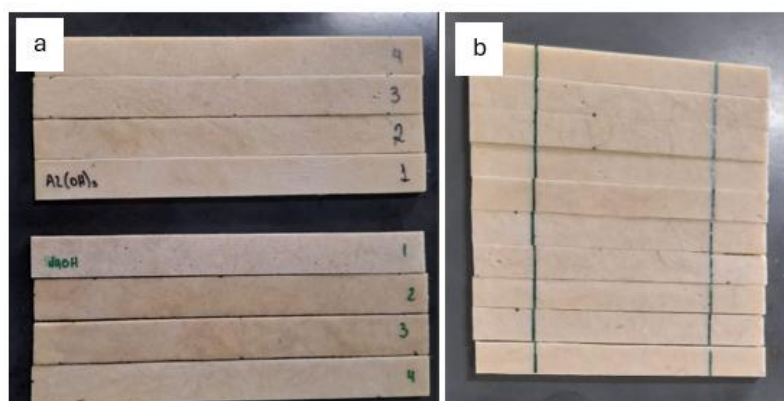
**Quadro 3** - Quantidade de fibra x PU para cada tipo de ensaio

Ensaio	Dimensão Amostra (mm)	Massa (g)		
		Sisal	Isocianato	Polioliol
Tração	250x25x3	12,53	45,05	45,05
Flamabilidade	125x13x3			

Fonte: Próprio autor, 2025

A Figura 28 ilustram os corpos de prova previamente cortados de acordo com as dimensões exigidas para cada ensaio. a) de tração e b) de flamabilidade horizontal.

**Figura 28** - Corpos de prova material compósito )a ensaio de tração, b) ensaio de flamabilidade horizontal



Fonte: Próprio Autor, 2025

### 3.4. MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS

#### 3.4.1. Índice de cristalinidade (DRX)

Para determinar o índice de cristalinidade foi utilizado a técnica de difração de raios-X (DRX). O ensaio foi realizado no laboratório do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA), através do difratômetro Universal de raios -x do fabricante (Shimadzu) modelo XRD 6100 com tensão de 40 kV, corrente de 30 mA e  $\lambda$  (CuK $\alpha$ ) = 1,5406 Å.

A análise foi realizada para as amostras da fibra de sisal, *in natura*, tratada com hidróxido de sódio a 10% m/v e com hidróxido de alumínio 10% m/v. Para realizar o ensaio as amostras foram cortadas de forma manual em pequenas partes ficando bem próxima do formato de pó, conforme ilustrado na Figura 29.

**Figura 29** - Amostras para o ensaio de DRX



Fonte: Próprio autor, 2025

Foi utilizado o método de Segal conforme Equação 6 para determinar o índice de cristalinidade da fibra de sisal, conforme mencionado por Silva (2000). Tal método se baseia na comparação pela relação entre a intensidade máxima e mínima dos picos de difração das regiões cristalinas e amorfas.

$$I_{cr} = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max}} \times 100 \quad (6)$$

Sendo:

$I_{cr}$  = Índice de cristalinidade.

$I_{max}$  = Intensidade máxima ( $2\theta$ ).

$I_{min}$  = Intensidade mínima ( $2\theta$ ).

### 3.4.2. Teor de umidade

O conhecimento da porcentagem de umidade das fibras vegetais para a produção de compósitos com matriz de PU faz-se necessário pois o isocianato é um componente que reage com a água podendo interferir na interação fibra/matriz.

O ensaio para determinar o percentual de umidade da fibra de sisal, foi realizado nas dependências do laboratório químico da empresa Grupo Petrópolis, utilizando uma balança de infravermelho modelo HE53 (Mettler Toledo), Figura 30. O ensaio foi realizado utilizando três amostras com massa de 1 grama para a fibra *in natura* e com o tratamento por  $Al(OH)_3$  e NaOH. O procedimento é feito através da medição do peso da fibra antes e após a secagem em infravermelho para determinar o percentual de umidade em cada amostra.

**Figura 30** - Ensaio de umidade, utilizando balança de infravermelho



Fonte: Próprio autor, 2025

### 3.4.3. Análise morfológica (MEV)

A caracterização microestrutural das fibras de sisal, tanto *in natura* quanto após os tratamentos químicos com soluções alcalinas, foi realizada por meio de análise morfológica utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Com o objetivo de verificar os aspectos superficiais e a seção transversal da fibra antes e após o tratamento químico. As análises foram realizadas no laboratório do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA) utilizando um microscópio eletrônico de bancada HITACHI, modelo TM 3000, como ilustrado na Figura 31.

**Figura 31** - Microscópio eletrônico de varredura - MEV



Fonte: Próprio autor, 2025

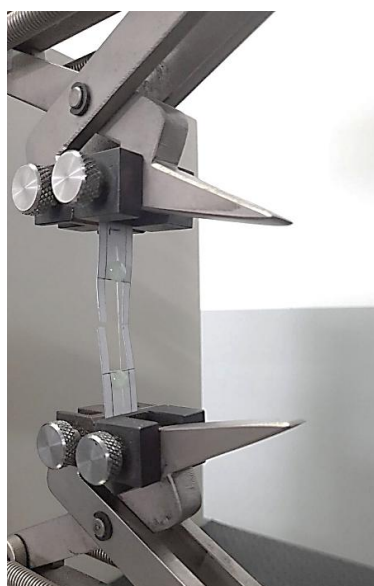
As amostras foram cortadas manualmente e colocadas em porta amostra de alumínio, conforme sugerido por Litaiff (2023). As imagens processadas foram obtidas por elétrons de um filamento de tungstênio de 15 kV.

### 3.4.4. Ensaio de tração ASTM (D3379)

O ensaio de resistência a tração foi realizado nas fibras de sisal *in natura* e nas fibras tratadas com solução alcalina. O teste foi executado conforme as

recomendações expressa na norma ASTM D 3379-75, que normatiza a metodologia para o ensaio de tração de um único filamento. O ensaio foi realizado no laboratório de materiais do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA), sendo utilizado uma máquina universal de tração do fabricante Emic com capacidade máxima de 100kN. O teste foi executado com uma célula de carga de 5 kN e velocidade de avanço em 2,5 mm/min conforme indicado na norma. A Figura 32 demonstra a execução do ensaio de tração.

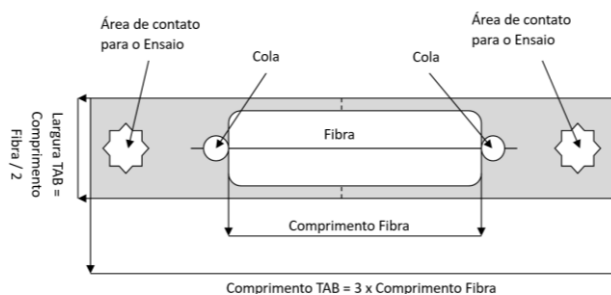
**Figura 32** - Ensaio de tração fibra de sisal conforme norma ASTM D3379-75



Fonte: Próprio autor, 2025

Para a execução do ensaio de tração é necessário a utilização de uma moldura (TAB) para o filamento, conforme demonstrado na Figura 33. O dimensional do TAB depende do comprimento do filamento utilizado, conforme as recomendações do anexo A1 da norma ASTM D3379-75.

**Figura 33** - Porta amostra (TAB) ensaio de tração conforme ASTM D3379-75



Fonte: ASTM D3379-75, 1989

O comprimento da fibra de sisal utilizado no ensaio de tração foi de 30 mm, conseqüentemente o TAB aplicado foi de 90 mm de comprimento e 15 mm de largura. Foram preparadas 15 TAB para cada amostra: *in natura*, tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  e  $\text{NaOH}$ . Para a fabricação da moldura foi utilizado papel cartolina e cola epóxi para fixar a fibra na moldura, conforme demonstrado na Figura 34. Sendo deixado um tempo de cura para a resina epóxi de 24 horas.

**Figura 34** - Amostras para ensaio de tração conforme norma ASTM D3379-75



Fonte: Próprio autor, 2025

A espessura da fibra de sisal foi medida utilizando um micrômetro da marca (Starrett) para o cálculo da área da seção transversal. Para determinar a tensão de ruptura, módulo de elasticidade e percentual de deformação foram utilizadas as Equações 7, 8 e 9 respectivamente.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (7)$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (8)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} * 100\% \quad (9)$$

Sendo:

$\sigma$  = Tensão calculada (MPa);

F = Carga de ruptura (N);

A = Área da seção transversal (mm<sup>2</sup>);

E = Módulo de Elasticidade (GPa);

$\varepsilon$  = Deformação na direção do carregamento (mm/mm);

$\Delta L$  = Deformação ocorrida no corpo de prova (mm);

$L_0$  = Comprimento inicial do corpo de prova (mm).

#### 3.4.5. Análise térmica (TGA/DTG)

A análise térmica da fibra foi realizada através da técnica de Termogravimetria (TG). Para o ensaio foram utilizadas amostras com peso de aproximadamente 10 mg, conforme testes realizados por Litaiff (2023). Sendo utilizados amostras com a fibra *in natura* e tratadas com o objetivo de verificar a degradação térmica das amostras.

O ensaio termogravimétrico (TGA) foi realizado no laboratório do UniFOA utilizando o equipamento do fabricante PerkinElmer, sob fluxo de nitrogênio como gás inerte a uma vazão de 20 ml/min. A análise térmica foi conduzida na faixa de temperatura de 30°C a 700°C, com uma taxa de aquecimento de 20°C/min (DIAS, 2017). Sendo utilizado até 10 mg de massa para cada amostra conforme ensaios realizados por Neira (2005). Essas condições garantem a obtenção de dados precisos sobre a estabilidade térmica e a degradação do material testado, permitindo a determinação de parâmetros essenciais para caracterização e processamento.

### 3.5. MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS E PU PURO

#### 3.5.1. Densidade aparente (ASTM D1622)

A densidade pode ser calculada de acordo com a Equação 10 seguindo as recomendações do método ASTM D-1622 e referenciada por Litaiff (2023). Sendo utilizada 6 amostras do PU puro e dos compósitos reforçados com fibra tratada em NaOH e Al(OH)<sub>3</sub> dos corpos de provas utilizados para o ensaio de flamabilidade horizontal.

A massa foi aferida utilizando uma balança digital com precisão de duas casas decimais, modelo Bel S2202H do fabricante Bel Engineering. O dimensional das amostras (largura e comprimento) foram mensurados empregando um paquímetro da marca Mitutoyo com graduação de 0,05 mm

$$D = \frac{m}{V} \quad (10)$$

Sendo:

D = Densidade da amostra (g/cm<sup>3</sup>);

m = Massa da amostra (g);

V = Volume da amostra em cm<sup>3</sup>.

### 3.5.2. Ensaio de tração (ASTM D3039)

O ensaio de resistência à tração do material compósito com matriz polimérica foi executado conforme as orientações da norma ASTM D 3039 que normatiza os ensaios de resistência à tração de materiais compósitos reforçados com fibras de alto módulo.

Foram utilizados seis corpos de prova nos testes, conduzidos no laboratório de materiais do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA) com o auxílio de uma máquina universal de ensaio EMIC com capacidade máxima de 100 kN. Os parâmetros utilizados durante o ensaio foram; velocidade de 2 mm/min até que ocorresse a ruptura do material e célula de carga de 100 kN. Conforme demonstrado pela Figura 35.

**Figura 35** - Ensaio de tração compósito ASTM D3039



Fonte: Próprio autor, 2025

Os corpos de prova utilizados no ensaio de resistência a tração foram confeccionados a partir da recomendação da norma ASTM D3039 que especifica o dimensional das amostras para fibras com orientação aleatória, conforme Figura 36.

**Figura 36** - Corpo de prova conforme dimensão ASTM D3039

Fonte: Próprio autor, 2025

O cálculo da tensão de ruptura, módulo de elasticidade e deformação são as mesmas utilizadas no ensaio de tração apresentadas para fibra de sisal na seção 3.4.3.

### 3.5.3. Análise da fratura (MEV)

A caracterização microestrutural da fratura do compósito foi realizada nos corpos de prova após a realização do ensaio de resistência à tração. O ensaio foi executado utilizando o mesmo procedimento e equipamento empregados na caracterização morfológica da fibra de sisal, seção 3.4.3.

O objetivo do ensaio foi analisar a distribuição das fibras com a matriz polimérica, a existência de vazios e o comportamento do reforço na fratura. A Figura 37 ilustra os corpos de prova utilizados para a caracterização.

**Figura 37** - Fratura do corpo de prova para caracterização morfológica

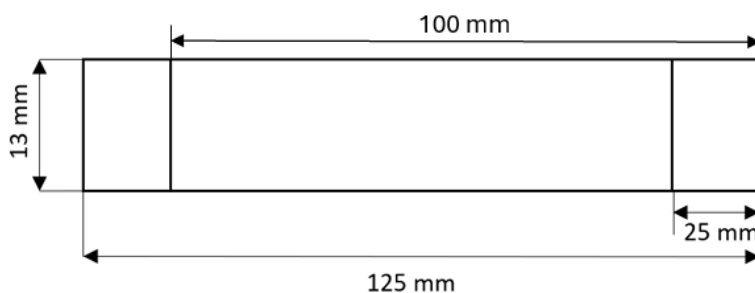
Fonte: Próprio autor, 2025

### 3.5.4. Flamabilidade horizontal (ASTM D635)

O ensaio de flamabilidade horizontal foi adaptado de acordo com a norma ASTM D635 que padroniza o método de teste para queima de plásticos na direção horizontal, analisando a capacidade de extinção da chama bem como a capacidade de retardar o avanço da mesma, ou seja, diminuindo a velocidade da chama.

O corpo de prova segundo a norma ASTM D635 deve possuir as seguintes dimensões; comprimento  $125 \pm 5$  mm, largura  $13 \pm 0,5$  mm e espessura mínima de  $3 +0,2$  mm não podendo exceder 13mm de espessura. A norma recomenda a utilização de 10 amostras para o ensaio com marcações longitudinal em  $25 \pm 1$ mm e  $100 \pm 1$ mm, conforme Figura 38.

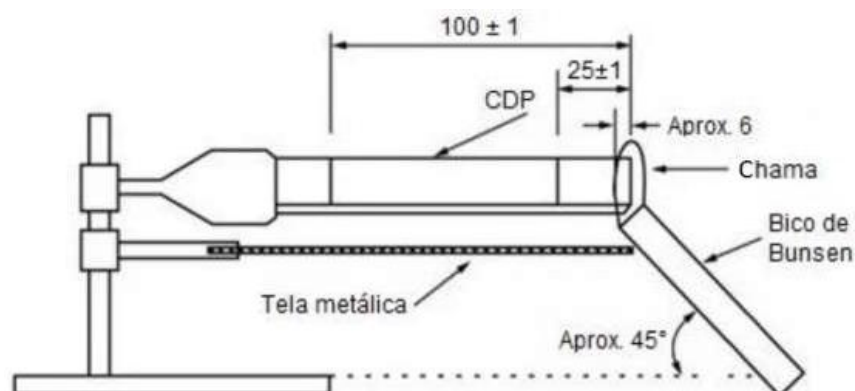
**Figura 38** – Corpo de prova conforme dimensão ASTM D635



Fonte: Próprio autor, 2025

Para a realização do teste, é necessário utilizar um bico de Bunsen posicionado a  $45^\circ$ , com uma altura de chama de 20 mm, aplicando-a nos primeiros 6 mm da amostra por 30 segundos ou até a chama alcançar a delimitação de 25 mm, conforme ilustrado na Figura 39.

**Figura 39** - Método para ensaio de flamabilidade horizontal



Fonte: ASTM D635, 2022

Conforme mencionado por Silva (2020) a região entre as marcações da amostra é a região útil para o teste. A partir da passagem da chama pelos 25 mm da amostra inicia a cronometragem do tempo de queima da chama na direção horizontal ( $t_h$ ) até atingir a marcação de 100 mm ou até a extinção do fogo. Com isso podemos encontrar a velocidade da queima pela razão da distância percorrida pelo tempo, conforme Equação 11.

$$v = \frac{60L_c}{t_h} \quad (11)$$

Sendo:

$V$  = Velocidade da queima (mm/min);

$L_c$  = Distância percorrida pela chama após a marcação de 25 mm até 100 mm ou extinção do fogo (mm).

$t_h$  = Tempo após a chama passar os 25 mm até 100mm ou extinção do fogo (s).

Ainda de acordo com a norma ASTM D 635, 3 amostras são suficientes para validar o teste caso a zona útil seja completamente atingida pelo fogo. Caso a totalidade da zona útil não seja atingida, novas amostras devem ser testadas

até que se alcancem 3 amostras válidas ou se atinja o total máximo de 10 amostras.

De acordo com trabalho realizado por Silva (2020) foi utilizado um resumo da classificação HB (Horizontal Burning) de indicação para o ensaio de flamabilidade retirado da ASTM D635. Para receber a classificação é necessário que as amostras satisfaçam um dos critérios descritos na Tabela 3.

**Tabela 3** - Indicação para classificação HB teste de flamabilidade horizontal

Condições	HB
Não há sinais visíveis de combustão após a remoção do queimador	Sim
A chama não passa da marcação de 25 mm	Sim
A chama passa da marcação de 25 mm, mas não atinge a marcação de 100 mm	Sim
A chama atinge a marcação de 100 mm, mas a velocidade de queima não excede 40 mm/min para amostras com uma espessura entre 3 e 13 mm ou 75 mm/min para amostras com espessuras menores que 3 mm	Sim

Fonte: Silva, 2020

### 3.5.5. Dureza Shore D (ASTM D2240)

O ensaio de dureza Shore D é um dos métodos amplamente utilizado para avaliação mecânica. Foi empregado a norma ASTM D 2240. Este ensaio fornece informações importantes sobre a resistência do material à penetração, sendo amplamente aplicado para medir a dureza de materiais mais rígidos, como plásticos duros e compósitos.

A caracterização foi realizada no laboratório de materiais do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA), utilizando um durômetro digital portátil tipo Shore D do fabricante Homis, modelo TH210. Conforme visto na Figura 40. O durômetro consiste em um indentador, uma ponta em forma de cone truncado utilizada para penetrar o material. Uma mola calibrada para exercer uma força contante no indentador quando acionado a alavanca. E uma base de apoio para

conferir ao corpo de prova um posicionamento perpendicular em relação ao indentador. A escala de dureza medida varia de 0 a 100 Shore, sendo 0 para materiais macios ou inadequados para esse teste.

**Figura 40** - Ensaio de dureza Shore D



Fonte: Próprio autor, 2025

Conforme descrito na ASTM D2240 o corpo de prova deve possuir uma espessura mínima de 6 mm. Para a realização do teste a distância entre a amostra e a ponta do indentador deve ser de  $25 \pm 2,5$  mm, com um tempo de espera de 15 s, entre o deslocamento do indentador e leitura indicada. O procedimento foi repetido 5 vezes em cada corpo de prova, respeitando a distância de 6 mm entre cada medição.

Foram utilizados 5 corpos de prova para o material compósito com a fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  e  $\text{NaOH}$ . O valor final da dureza foi obtido através da média dos resultados.

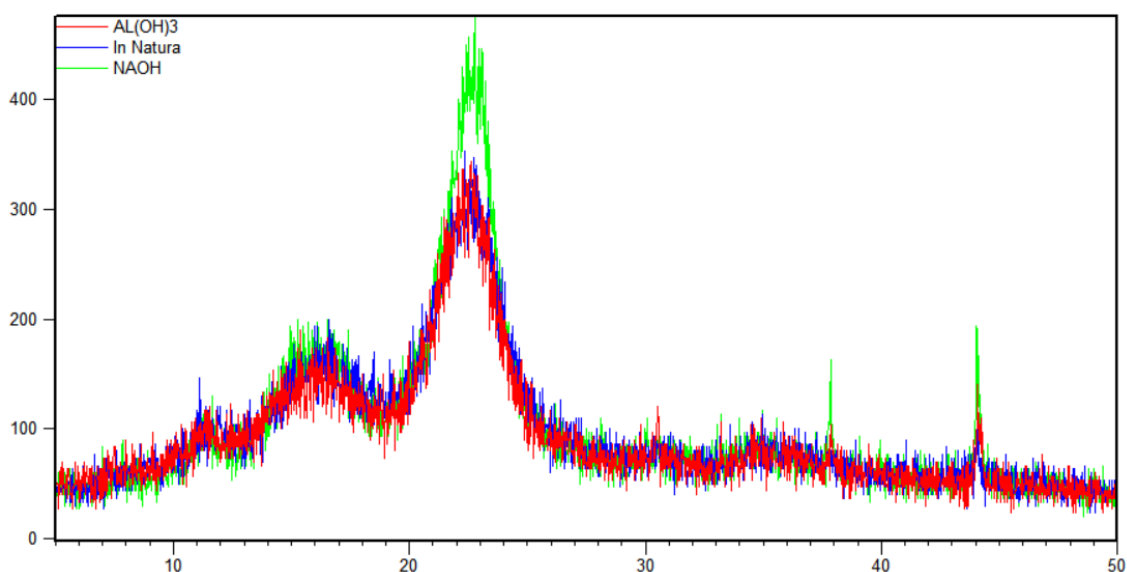
## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE SISAL

#### 4.1.1. Índice de cristalinidade

A determinação do índice de cristalinidade foi realizada por meio da análise de difração de raios X (DRX), aplicada às amostras de sisal *in natura* e às fibras tratadas com NaOH e  $Al(OH)_3$ . Os difratogramas apresentados na Figura 41 indicam que todas as amostras mantêm o padrão característico da celulose tipo I (celulose nativa), com picos predominantes entre  $15^\circ$  e  $25^\circ$  ( $2\theta$ ), conforme descrito por Almeida (2009), o que sugere a preservação da estrutura cristalina principal da celulose após os tratamentos. No entanto, observam-se alterações sutis nos espectros das fibras tratadas, com o surgimento de picos adicionais nas regiões de  $37^\circ$  e  $44^\circ$  ( $2\theta$ ), especialmente para a fibra tratada com NaOH, indicando possíveis modificações na organização interna da fibra, possivelmente relacionadas à remoção de componentes amorfos ou reorganização das cadeias celulósicas.

**Figura 41** – Difratograma da fibra de sisal *in natura* e com tratamento alcalino



Fonte: Próprio autor, 2025

No difratograma, o primeiro pico observado próximo aos ângulos 15°-17° de difração, característico das fibras naturais, devido à presença da lignina e hemicelulose, o que corresponde ao plano atômico (101) (MOCHNACZ, 2003). O segundo pico é identificado entre os ângulos 21°-22° de difração, equivalente ao plano atômico (002), oriundo da presença de celulose na fibra (LIMA ET AL., 2020).

Foi utilizado o software X'Pert HighScore Plus para plotar o difratograma e identificar a intensidades máximas da região cristalina e a intensidade mínima do halo amorfo. Após identificação foi aplicado a equação 6 para calcular o índice de cristalinidade das amostras, conforme exposto no Quadro 4.

**Quadro 4** - Percentual de cristalinidade

Amostra	I <sub>cr</sub> (%)
Sisal <i>in natura</i>	72,16%
Sisal Al(OH) <sub>3</sub> 10%	78,92%
Sisal NaOH 10%	81,05%

Fonte: Próprio autor, 2025

Ensaio realizado por Mochnacz (2003), com a fibra de sisal sem tratamento encontrou um percentual de cristalinidade de 72,2%, valor este muito próximo ao encontrado nas amostras ensaiadas. Os valores das intensidades máximas e mínimas expresso em counts que representa o número de fótons de raios X detectados durante a realização da caracterização de DRX estão expostos no Quadro 5.

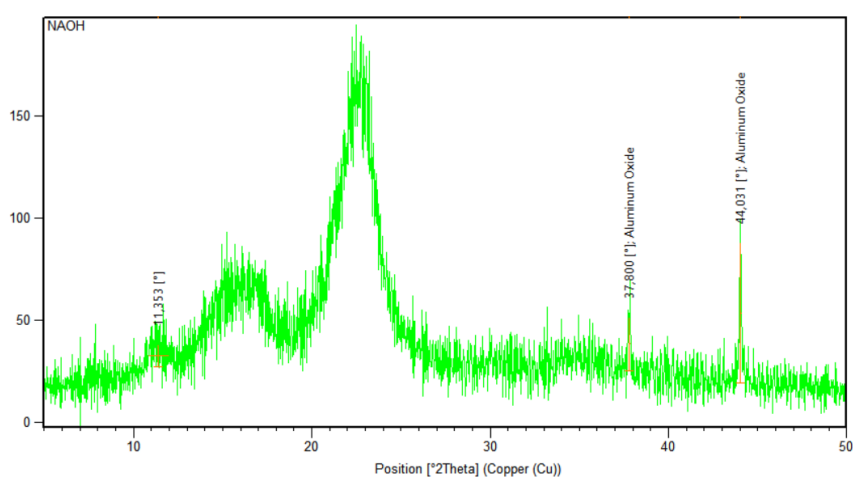
**Quadro 5** - Resultado intensidade máxima e mínima (Counts) fibra de sisal

Amostra	Intensidade Mínima	Intensidade Máxima
Sisal <i>in natura</i>	59	212
Sisal Al(OH) <sub>3</sub> 10%	43	204
Sisal NaOH 10%	54	285

Fonte: Próprio autor, 2025

O difratograma da fibra tratada com NaOH conforme apresentado na Figura 42 é possível observar a presença de picos referentes ao óxido de alumínio  $Al_2O_3$  nos ângulos de difração entre  $37^\circ$  e  $44^\circ$ . Algumas hipóteses para a presença do  $Al_2O_3$  na amostra com NaOH são: no processo de corte da fibra teve o aumento da área superficial, o que pode potencializar interação com superfícies próximas como o porta amostra de alumínio, o NaOH pode conter impurezas que não foram mencionadas no rótulo do produto.

**Figura 42** - Difratograma fibra de sisal tratada com NaOH 10%



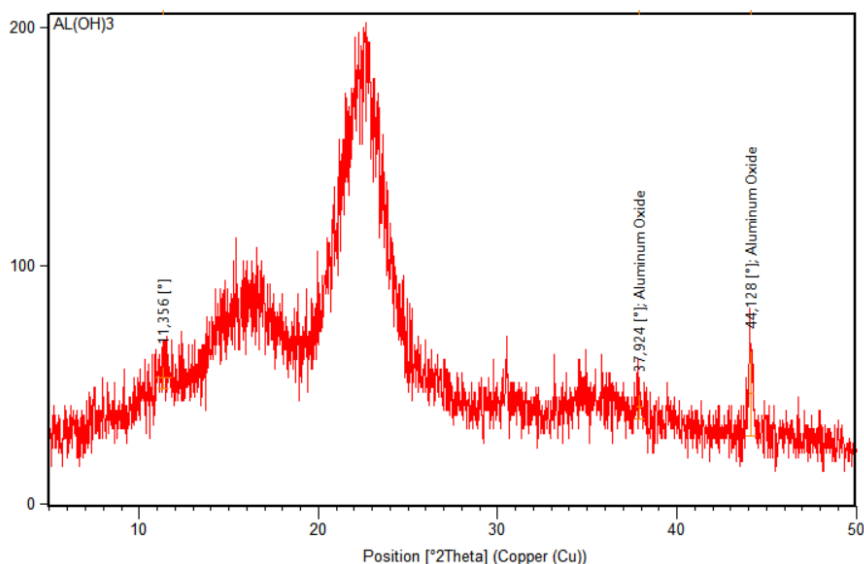
Fonte: Próprio autor, 2025

De forma semelhante, a amostra tratada com  $Al(OH)_3$  revelou a presença de  $Al_2O_3$  conforme difratograma ilustrado pela Figura 43, algumas suposições podem explicar tal fato como: concentração alta de  $Al(OH)_3$  10% no tratamento pode facilitar a formação de  $Al_2O_3$  devido à sua instabilidade térmica, principalmente durante a etapa de secagem da fibra, a exposição direta aos raios X (aquecimento indireto ou à energia dos raios X) na fibra com resíduo de  $Al(OH)_3$  poderia ter contribuído para a transformação de  $Al_2O_3$ .

A contaminação pelo porta amostra em ambos os tratamentos é uma hipótese praticamente descartada visto que o difratograma da fibra *in natura* não

apresenta picos próximos aos ângulos de 37 ° e 44°. Para validar a presença do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o ensaio de EDS seria o mais recomendado.

**Figura 43** - Difratoograma fibra de sisal tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  10%

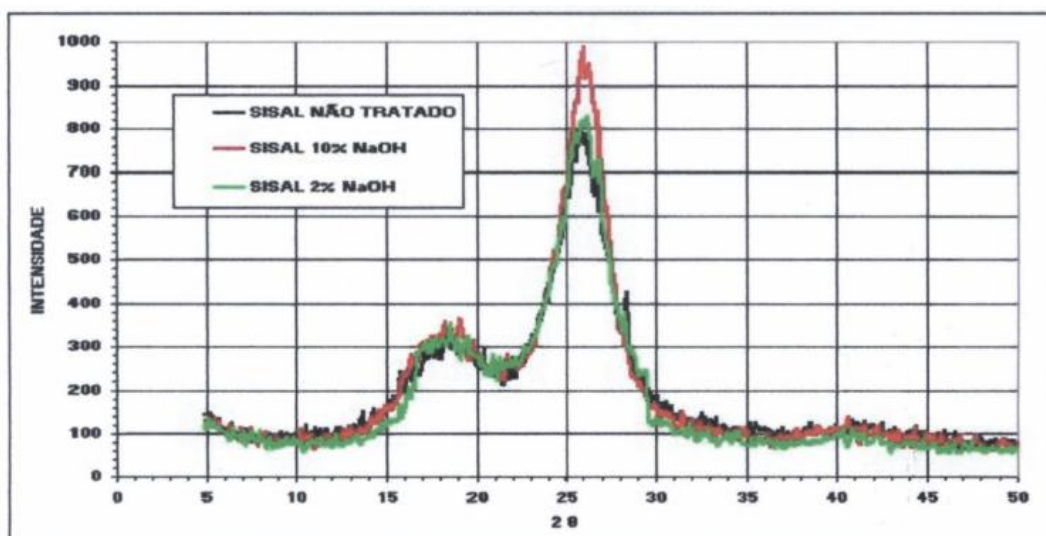


Fonte: Próprio autor, 2025

Os resultados obtidos através da caracterização de DRX, demonstra um aumento no índice de cristalinidade da fibra após o tratamento alcalino, o que pode indicar uma eficácia na remoção de hemicelulose, lignina e outras fases amorfas, conseqüentemente expondo a celulose o que potencializa as regiões cristalinas (FERNANDES ET AL., 2009).

O tratamento com hidróxido de sódio 10% (m/v) foi o que apresentou o índice mais elevado na cristalinidade da fibra, um acréscimo de 8,89 % em relação a fibra *in natura*. Ensaio realizado por Mochnacz (2003) com fibra de sisal tratada em NaOH 10% obtiveram índice de cristalinidade de 76,51%, dados adquiridos conforme difratograma ilustrado na Figura 44, ressaltando que alguns fatores como a natureza da fibra, clima, idade, entre outros influenciam tal característica.

Figura 44 - Espectrograma da fibra de sisal *in natura* e com tratamento de NaOH

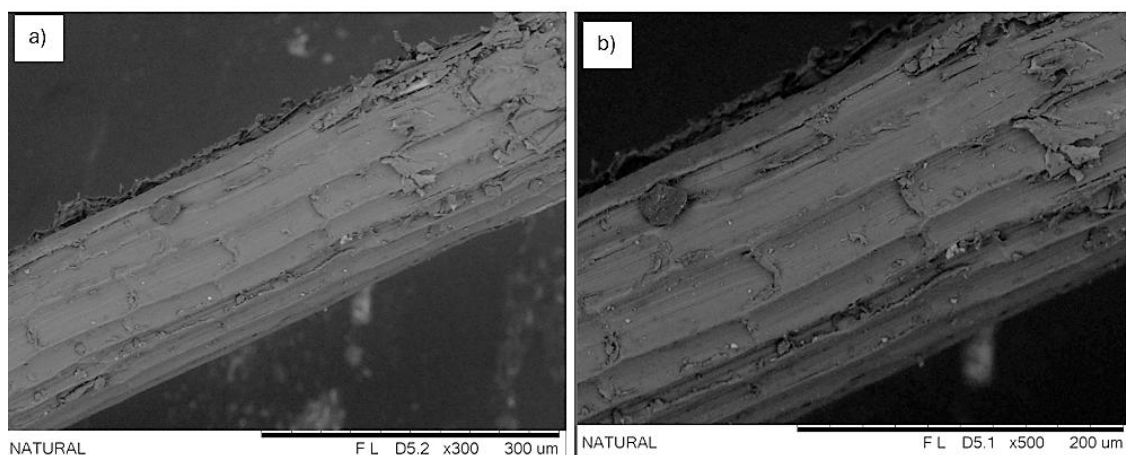


Fonte: Mochnacz, 2003

#### 4.1.2. Morfologia superficial (MEV)

A análise morfológica da fibra de sisal *in natura* foi realizada por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) conforme ilustrado na Figura 45 apresenta uma superfície com textura rugosa, composta por camadas, rachaduras e impurezas. É possível observar áreas com pequenas partes se soltando ou quebrando, o que sugere a presença de lacunas e espaço vazio, indicativo de porosidade intrínseca o que pode influenciar na absorção de líquidos, impactando o comportamento da fibra em ambientes úmidos (RODRIGUES ET AL., 2015). Outra característica observada é a presença de linhas transversais característico das células de parênquima presentes na superfície da folha de sisal em quantidade elevada (SILVA, 2018). A existência de fissuras longitudinais, as estriações visíveis ao longo da fibra podem ser traços das microfibrilas, tais fissuras podem ser locais de concentração de tensões mecânicas.

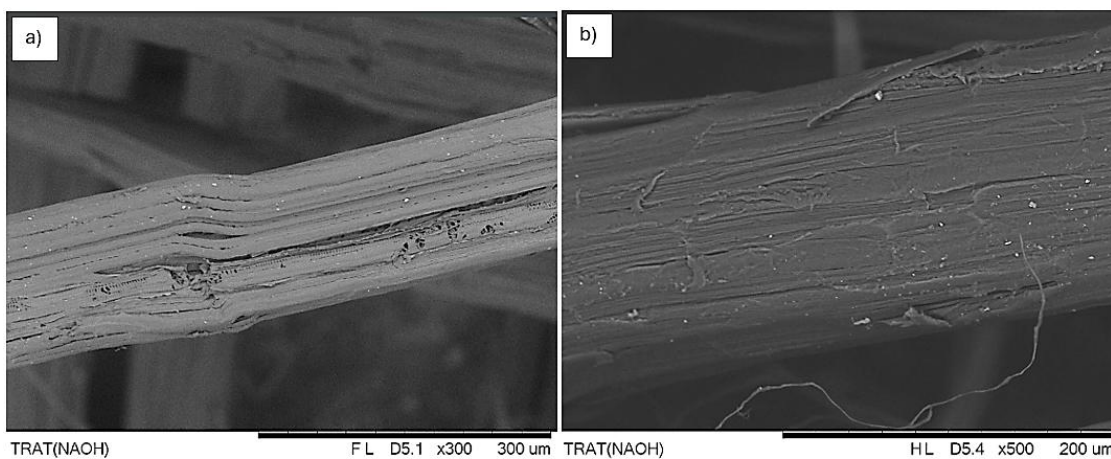
**Figura 45** – Micrografia fibra de sisal *in natura* a)x300, b) x500 ampliação



Fonte: Próprio autor, 2025

O tratamento com NaOH 10% é possível visualizar na superfície da fibra um aspecto mais limpo, com a remoção de impurezas conforme micrografia ilustrada na Figura 46. Superfície com uma textura mais áspera, visível na forma de sulcos e estrias ao longo da fibra, devido a remoção de componentes como a lignina, hemicelulose e outras substâncias. A remoção de componentes não celulósicos forma a presença de grooves (sulcos), ou seja, padrões lineares ou cavidades que aparecem na superfície de materiais melhorando a interação da fibra com matrizes poliméricas em compósitos (FIORELLI ET AL., 2012). Aumento das fissuras longitudinais visíveis ao longo da superfície, o que é indício do tratamento alcalino podendo influenciar positivamente a impregnação em compósitos, mas também apontar fragilidades mecânicas localizadas. A fibra apresentou uma aparência de camadas apontando parte da estrutura interna, separando parcialmente as microfibrilas, após o tratamento com NaOH. Embora a superfície seja bastante irregular, o padrão geral parece uniforme, o que indica que o tratamento foi homogêneo em boa parte da amostra.

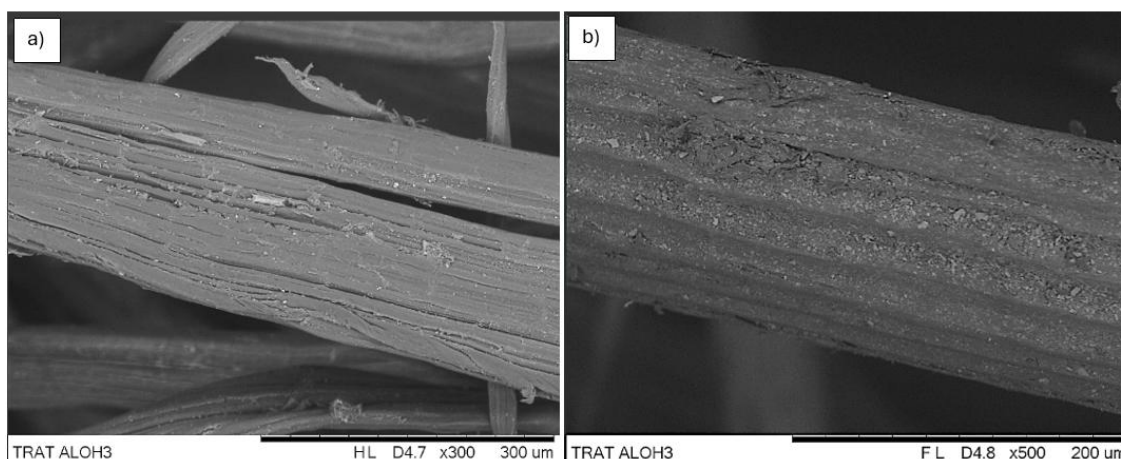
**Figura 46** - Micrografia fibra de sisal NaOH 10% a) x300, b) x500 ampliação



Fonte: Próprio autor, 2025

Na micrografia da fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , representada pela Figura 47 é possível observar uma textura mais rugosa em comparação ao tratamento com NaOH. Fissuras ao longa da fibra proveniente do tratamento alcalino o que pode impactar negativamente as propriedades mecânicas globais, como resistência à tração. São visíveis partículas aderidas à superfície da fibra, provavelmente resíduos ou precipitados do tratamento com hidróxido de alumínio, pois o mesmo é uma base inorgânica, pertencente à família IIIA da tabela periódica, sendo praticamente insolúvel em água, o que pode contribuir para aumentar a propriedade antichamas do compósito. A micrografia corrobora com o resultado do índice de cristalinidade menor na fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  em comparação ao tratamento por NaOH, por apresentar uma textura menos limpa e homogênea, menor exposição das microfibrilas, sugerindo uma maior eficiência na remoção de lignina, hemicelulose e outras substâncias da fibra de sisal tratada com NaOH.

**Figura 47** – Micrografia fibra de sisal Al(OH)310% a) x300, b) x500 amplitude



Fonte: Próprio autor, 2025

#### 4.1.3. Teor de umidade

O resultado do ensaio para obtenção do percentual de umidade da fibra *in natura* está apresentado no Quadro 6, cada amostra possui um percentual diferente de absorção de umidade, com um desvio padrão  $\pm 0,998\%$  não é detectado uma estabilidade nos resultados. Conforme já mencionado diversos fatores como clima, região de cultivo, temperatura entre outros pode variar nos resultados encontrados. O estudo realizado por Neira (2011) encontrou o percentual de umidade para fibra não tratada de  $13,19 \pm 0,27 \%$

**Quadro 6** – Ensaio percentual de umidade fibra *in natura*

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

Fonte: Próprio autor, 2025

As amostras tratadas com NaOH os resultados para o percentual de umidade convergiram conforme apresentado no Quadro 7. O tratamento apresentou

resultados com desvio médio próximo a zero, com maior estabilidade nos resultados de cada amostra. O NaOH é uma base inorgânica, formada por uma ligação iônica, segundo Arrhenius. Quando dissolvido em água acontece o fenômeno da dissociação, ou seja, a liberação de cátions e ânions. Base inorgânica com metal da família IA (metais alcalinos) são considerados base solúvel, consequentemente liberando maior quantidade de cátions e ânions. Na reação química do NaOH com a celulose da fibra de sisal, o cátion de  $\text{Na}^+$  liga-se a cadeia molecular e a hidroxila livre ganha o hidrogênio livre, resultando na formação de água. O que explica o maior percentual de umidade da fibra tratada com NaOH.

**Quadro 7** – Ensaio percentual de umidade fibra NaOH 10%

Amostra	Peso (g)	Tempo Ensaio	Percentual (%)
1	1	03:07	10,06 %
2	1	02:07	10,24 %
3	1	02:50	10,03 %

Fonte: Próprio autor

A substância de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  que foi utilizada no tratamento da fibra é uma base inorgânica que não é solúvel em água destilada. Tal fato pode explicar a ineficiência do tratamento da fibra com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  pois apresenta divergência entre os percentuais de umidade entre as amostras de acordo com os dados apresentados no Quadro 8. Um comportamento semelhante ao visualizado na fibra *in natura*, entretanto o tratamento de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  foi o que obteve o maior desvio médio de  $\pm 2,118\%$  vale ressaltar que fatores como o tipo da fibra, pode contribuir muito para a divergência nos resultados, uma vez que a embalagem do produto não especifica se a fibra foi retirada em sua totalidade da mesma planta de origem.

**Quadro 8** – Ensaio percentual de umidade fibra Al(OH)<sub>3</sub> 10%

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

Fonte: Próprio autor, 2025

O Quadro 9 reúne os valores médios obtidos em função dos diferentes tratamentos aplicados às fibras, bem como os valores de desvio médio de cada amostra. Como era esperado de acordo com o ensaio realizado por Mochnacz (2003) a fibra com NaOH 10% obtiveram um teor percentual de umidade na faixa de 11% muito próximo ao valor obtido no presente trabalho com o menor desvio padrão comparado entre as outras amostras. Ficando bem explícito que o tratamento de Al(OH)<sub>3</sub> não surgiu nenhum efeito referente ao ensaio de teor de umidade para a fibra.

**Quadro 9** – Percentual de umidade médio da fibra de sisal

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

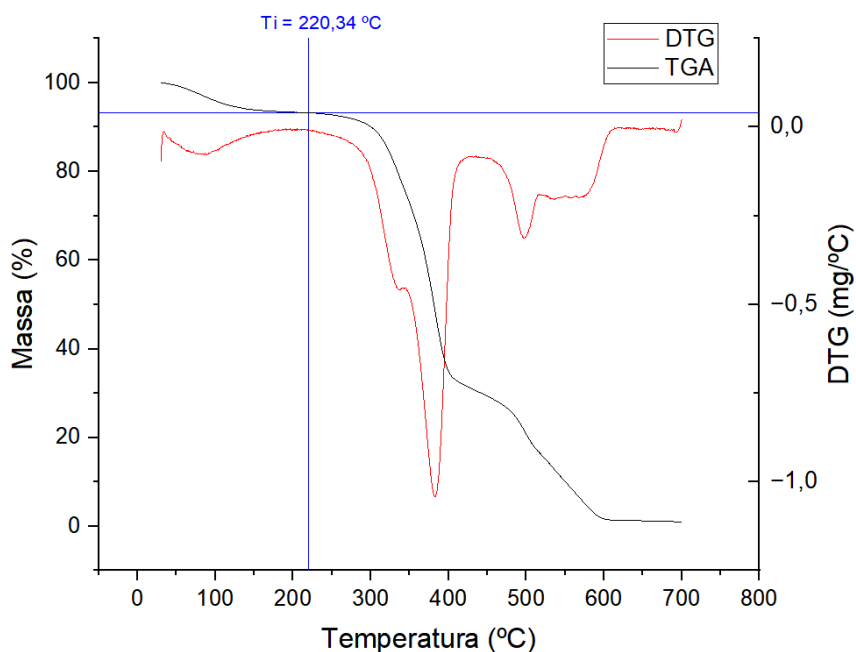
Fonte: Próprio autor, 2025

#### 4.1.4. Análise térmica TGA/DTG

A análise termogravimétrica (TGA) e sua derivada (DTG) foram empregadas para avaliar o comportamento térmico das fibras de sisal *in natura* e tratadas quimicamente com NaOH e Al(OH)<sub>3</sub>. A comparação entre os perfis térmicos obtidos permitiu correlacionar os efeitos dos tratamentos químicos na estabilidade térmica das fibras, bem como em sua decomposição térmica por faixa de temperatura.

A análise da curva de TGA/DTG da fibra *in natura* apresentada no Gráfico 1 é possível observar que a degradação acontece em três zonas bem definidas. A primeira região de degradação acontece entre 30 e 150 °C, com uma perda de aproximadamente 7% de massa, o que pode ser atribuído a evaporação de água pela umidade superficial, e de compostos voláteis de baixa densidade, conforme mencionado por Morita (2020). Essa observação está coerente com os resultados de teor de umidade obtidos experimentalmente (8,53%), e reforça a necessidade de controle das condições de secagem para aplicações técnicas. A segunda região de degradação ocorre entre 200 e 400 °C, que é marcada por dois eventos térmicos, a decomposição da hemicelulose (entre 200 e 330 °C) e a degradação da celulose (entre 330 e 420 °C) conforme exposto por Martin et al. (2009). Na curva DTG é possível observar uma inflexão com pequena intensidade próximo a 336 °C o que pode ser atribuída a componentes de menor estabilidade térmica. O pico mais profundo aconteceu em 382 °C, o que representa uma perda de aproximadamente 52% de massa, indicando a degradação da celulose. A terceira fase da degradação ocorre entre 400 e 600 °C, conforme mencionado por Martin et al. (2009) corresponde a condensação de componentes da lignina na faixa de temperatura entre 420 e 520 °C. No gráfico da DTG é possível observar a presença de um “ombro” entre 410 e 480 °C indicando uma degradação contínua e mais lenta, com pico acentuado em 495 °C, correspondendo a uma perda de massa total de 78%. O último evento acima dos 600 °C a massa fica estabilizada em aproximadamente 1,12% de resíduo, o que indicada alta pureza orgânica e baixo teor de inorgânicos.

**Gráfico 1** - Curva TGA/DTG fibra de sisal sem tratamento alcalino

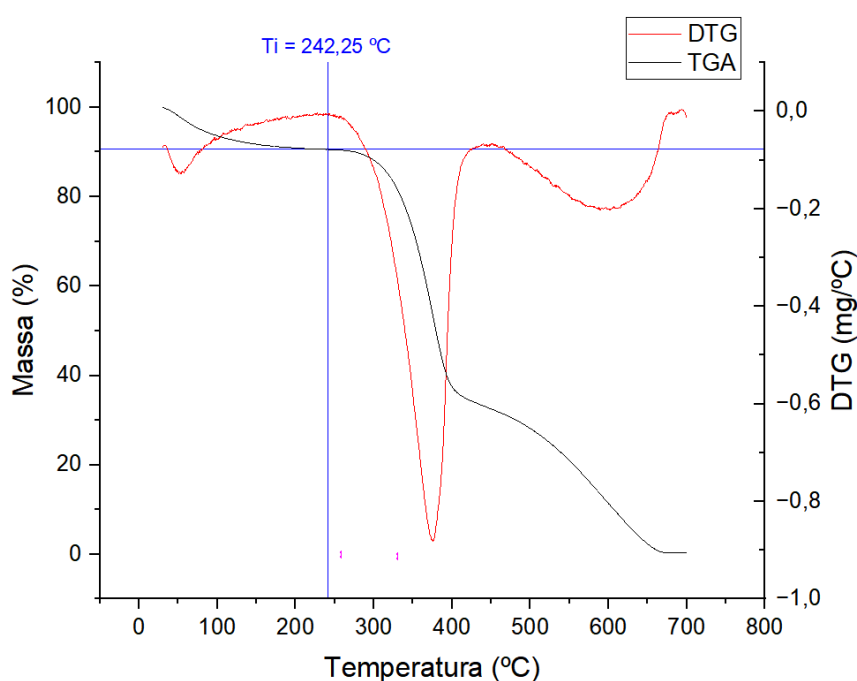


Fonte: Próprio autor, 2025

A curva apresentada no Gráfico 2 é referente ao TGA/DTG para a fibra de sisal tratada com NaOH, onde é possível observar três zonas de degradação. A primeira entre 30 e 150 °C, o que corresponde a uma perda de aproximadamente 9% de massa, o que pode ser atribuído a evaporação de água absorvida (MORITA, 2020). Maior percentual em comparação a fibra *in natura*, o que está coerente uma vez que, o percentual de umidade da fibra tratada com NaOH foi de 10,11% maior do que da fibra natural. A segunda região de degradação entre 200 e 400 °C é possível observar a presença de um “ombro” entre 180 e 220 °C com um pico agudo em 376 °C o que corresponde a uma perda de massa de aproximadamente 48%. A fibra tratada com NaOH foi a que obteve maior índice de cristalinidade 81,05% o que corrobora para um pico menor de 376 °C e uma perda menor de massa em relação a fibra sem tratamento. O tratamento alcalino proporcionou maior exposição da celulose com a remoção de componentes amorfos. Portanto, a fibra tratada perde menos massa e tem o deslocamento do pico principal porque já teve parte da sua massa removida pelo NaOH. A terceira fase da degradação ocorre entre 400 e 600 °C, sendo possível observar a presença de um “ombro” entre 420 e 580 °C sem a presença de um pico definido na

curva do DTG o que reforça o êxito no tratamento alcalino da fibra, pois nessa faixa de temperatura conforme exposto por Martin et al. (2009) acontece a condensação de componentes da lignina e após o tratamento com NaOH sua presença foi reduzida, explicado pela ausência de um pico definido e o aparecimento de um ombro mais discreto. A última fase é verificada após os 600 °C com um resíduo de 0,33% o que indica alta pureza da fibra, baixa presença de materiais inorgânicos ou minerais, além da remoção eficiente de materiais não carbonizáveis, como sais e cinzas.

**Gráfico 2** - Curva TGA/DTG fibra de sisal tratada com NaOH 10%

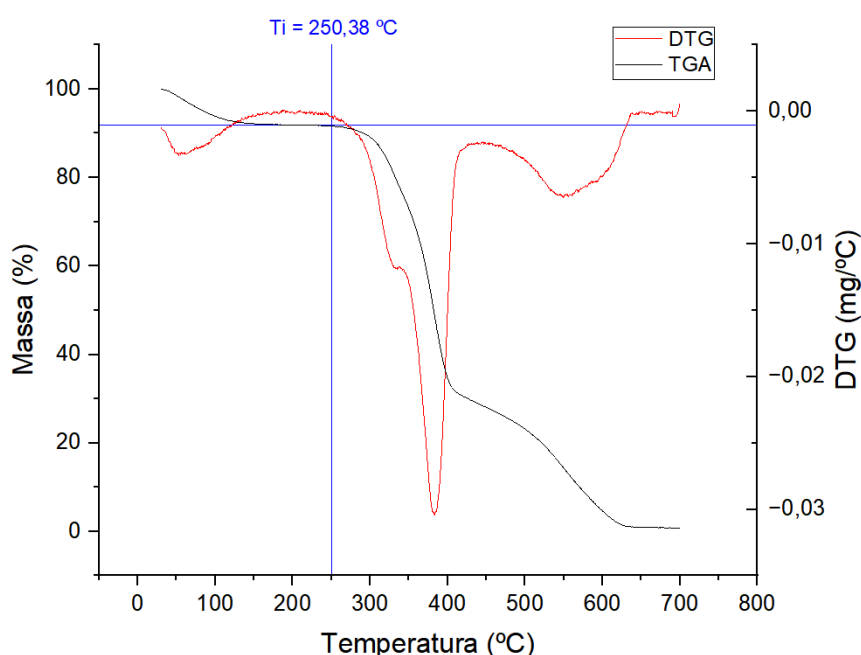


Fonte: Próprio autor, 2025

Os resultados do ensaio termogravimétrico das curvas TGA/DTG da fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  estão apresentados no Gráfico 3. Como visto nas curvas da fibra *in natura* e tratada com NaOH é possível observar três zonas de degradação, a primeira entre 30 e 150 °C, a segunda entre 200 e 400 °C e a última de 400° a 600 °C. A primeira zona de degradação referente a evaporação de água absorvida (MORITA, 2020). Foi de aproximadamente 9%, coerente com os resultados obtidos experimentalmente do teor de umidade da fibra. A segunda zona de degradação apresenta um comportamento semelhante a curva da fibra

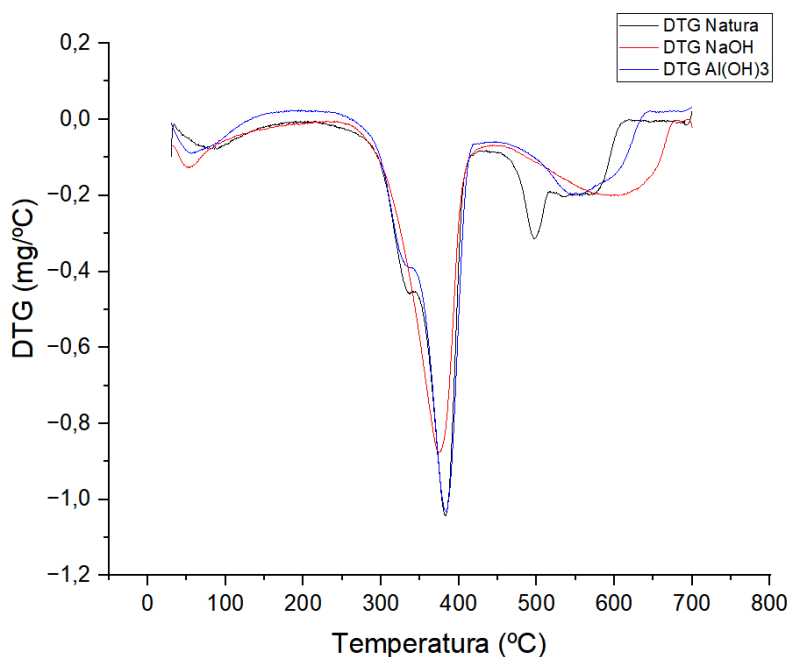
natural com uma inflexão de pequena intensidade na curva DTG em 332 °C e com destaque para o pico máximo de degradação térmica em 382 °C com perda de aproximadamente 50% de massa, indicando a degradação da celulose. O tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  obteve o mesmo valor que a fibra *in natura* para o pico máximo de degradação. No entanto com menor perda de massa, o que sugere que o tratamento foi capaz de remover seletivamente componentes amorfos sem danificar a estrutura da celulose. De forma mais branda ao comparar com o tratamento por NaOH, resultado este que corrobora com o índice de cristalinidade intermediário encontrado pelo ensaio de DRX. A terceira fase de degradação é possível observar a presença de ombro entre 410 e 500 °C, e a presença de um pequeno vale com pico discreto em 549 °C, o que pode estar associado a carbonização de resíduos lignocelulósicos de acordo com Martin et al. (2009) em menor quantidade ao comparado com a fibra sem tratamento devido a aplicação de um tratamento menos agressivo a fibra de sisal. A última fase é verificada após os 600 °C com um resíduo de 0,93% o que também indica alta pureza da fibra, baixa presença de materiais inorgânicos ou minerais, além da remoção eficiente de materiais não carbonizáveis, como sais e cinzas.

**Gráfico 3** - Curva TGA/DTG fibra de sisal tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  10%



A análise térmica por TGA/DTG revelou um aumento progressivo na temperatura inicial de degradação ( $T_i$ ) das fibras de sisal submetidas a diferentes tratamentos. A fibra *in natura* apresentou um  $T_i$  de 220,34 °C, enquanto a fibra tratada com NaOH 10% atingiu 242,25 °C, representando um aumento de aproximadamente 9,96% em relação à fibra sem tratamento. Já a fibra tratada com  $Al(OH)_3$  10% apresentou o maior valor de  $T_i$ , 250,38 °C, indicando um acréscimo de 13,65% comparado à amostra *in natura*. Esses resultados demonstram que ambos os tratamentos químicos aumentaram a estabilidade térmica da fibra, sendo o hidróxido de alumínio ligeiramente mais eficiente que o tratamento alcalino com hidróxido de sódio. Esse comportamento pode estar associado com a hipótese da deposição de óxido de alumínio na superfície da fibra conforme verificado nas caracterizações de DRX e MEV, contribuindo para retardar o início da degradação térmica.

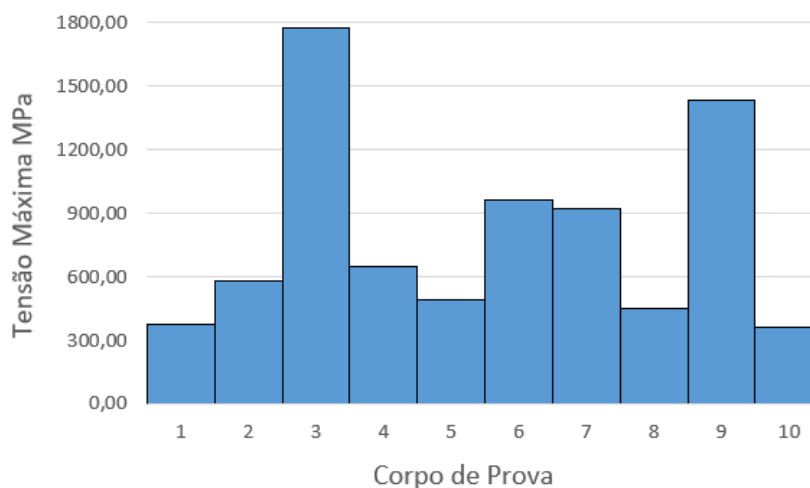
As curvas DTG das fibras de sisal apresentadas no Gráfico 4 mostram que a fibra *in natura* apresenta maior taxa de degradação em seu pico, indicando maior presença de componentes amorfos e instáveis termicamente. Os tratamentos químicos parecem ter contribuído para a remoção parcial desses componentes, como hemicelulose e lignina. O tratamento com NaOH observa-se uma leve antecipação do pico máximo com menor intensidade e ausência de picos provenientes da degradação da lignina na região entre 400 e 600 °C, conforme mencionado por Martin et al. (2009) o que reforça maior índice de cristalinidade para a amostra, devido a remoção de componentes amorfos.

**Gráfico 4** - Curva DTG fibra de sisal e com tratamentos (NaOH/Al(OH)<sub>3</sub>)

Fonte: Próprio autor, 2025

#### 4.1.5. Resistência a tração

Ao se avaliar a resistência à tração da fibra de sisal sem tratamento químico, foi observado um comportamento bastante disperso entre os valores obtidos experimentalmente. As tensões máximas variaram de 361,42 MPa a 1777,51 MPa, indicando a presença de possíveis valores discrepantes que poderiam comprometer a representatividade estatística para os resultados conforme demonstrado no Gráfico 5.

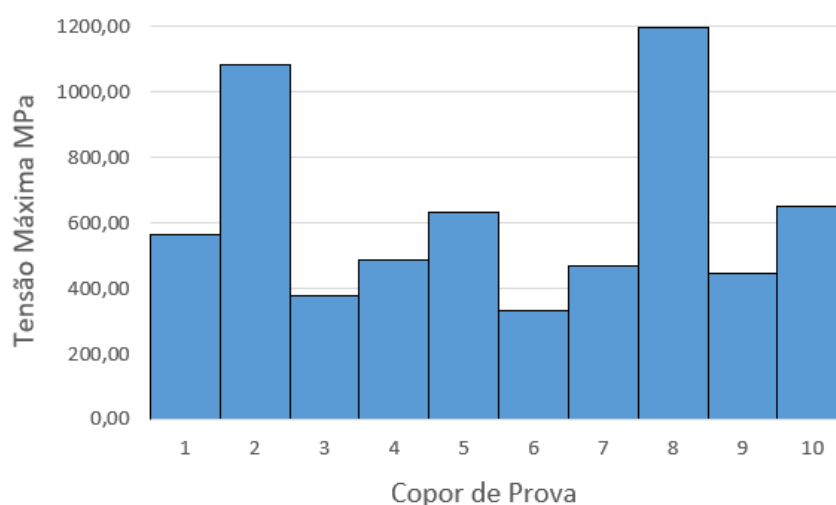
**Gráfico 5 - Tensão máxima MPa , fibra *in natura***

Fonte: Próprio autor, 2025

A resistência à tração das fibras de sisal *in natura* apresentou uma média de 799,24 MPa. Para lidar com essa variação, optou-se pela aplicação do critério baseado no Intervalo Interquartil (IQR), método estatístico reconhecido por sua eficácia na identificação de outliers em conjuntos de dados com distribuição assimétrica. A utilização desse critério permitiu a exclusão do valor de 1777,51 MPa (terceiro corpo de prova) que se mostrou significativamente distante dos demais, possibilitando uma análise mais equilibrada e coerente com o comportamento típico da fibra.

Após a remoção de outliers, os dados do ensaio de tração da fibra de sisal *in natura* foram submetidos ao teste de normalidade de Shapiro-Wilk, obtendo-se um valor de  $p = 0,1078$ . Superior ao nível de significância de 0,05, conclui-se que os dados seguem uma distribuição aproximadamente normal, justificando o uso da média 690,54 MPa como valor representativo da resistência à tração da fibra *in natura*.

Os dados obtidos nos ensaios de tração da fibra de sisal tratada com hidróxido de alumínio  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , também foi observada uma considerável variação entre os resultados. As tensões máximas medidas apresentaram valores entre 332,35 MPa a 1196,76 MPa, o que sugere a ocorrência de comportamentos mecânicos distintos entre as amostras conforme resultados ilustrados no Gráfico 6.

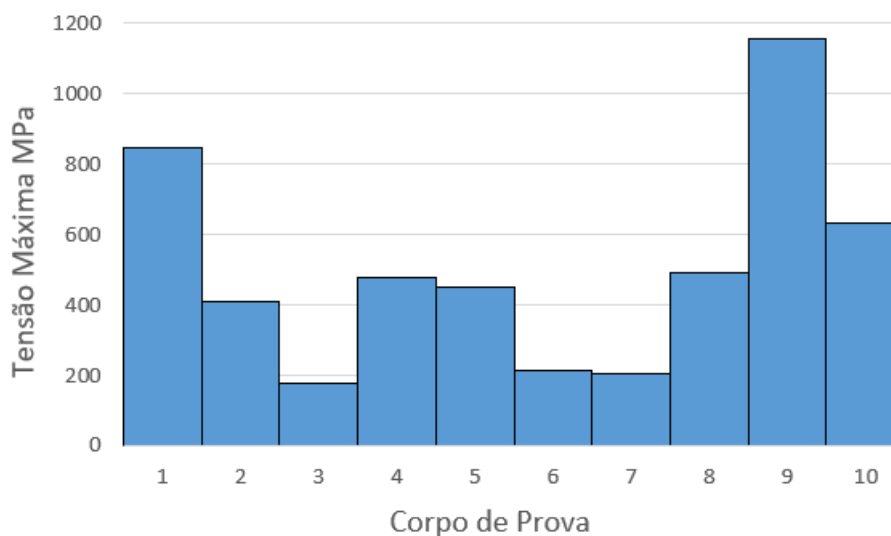
**Gráfico 6** - Tensão máxima MPa , fibra Al(OH)<sub>3</sub> 10%

Fonte: Próprio autor, 2025

O resultado da média obtido para resistência a tração máxima da fibra tratada com Al(OH)<sub>3</sub> foi de 623,13 MPa. Foi adotado novamente o critério baseado no Intervalo Interquartil (IQR). Com base nesse critério, foram identificados dois valores fora da faixa aceitável (Outliers), 1081,73 MPa e 1196,76 MPa referente aos corpos de prova 2 e 8 respectivamente, sendo desconsiderados da análise final para que os dados restantes refletissem com maior fidelidade o comportamento médio da fibra.

Com a remoção dos outliers, o teste de Shapiro-Wilk foi reaplicado, resultando em um novo valor utilizado para avaliação da normalidade de  $p = 0,758$  superior ao nível de significância de 0,05, ou seja, os dados seguem uma distribuição aproximadamente normal, justificando o uso da média 494,10 MPa como valor representativo da resistência à tração da fibra tratada com Al(OH)<sub>3</sub>.

Os ensaios de tração da fibra de sisal tratada com hidróxido de sódio (NaOH), também foi observado uma variação dos resultados com uma amplitude maior em comparação aos ensaios realizados com Al(OH)<sub>3</sub> e *in natura*. As tensões máximas medidas apresentaram valores entre 178,07 MPa a 1157,5 MPa conforme demonstrado no Gráfico 7.

**Gráfico 7** - Tensão máxima MPa , fibra NaOH 10%

Fonte: Próprio autor, 2025

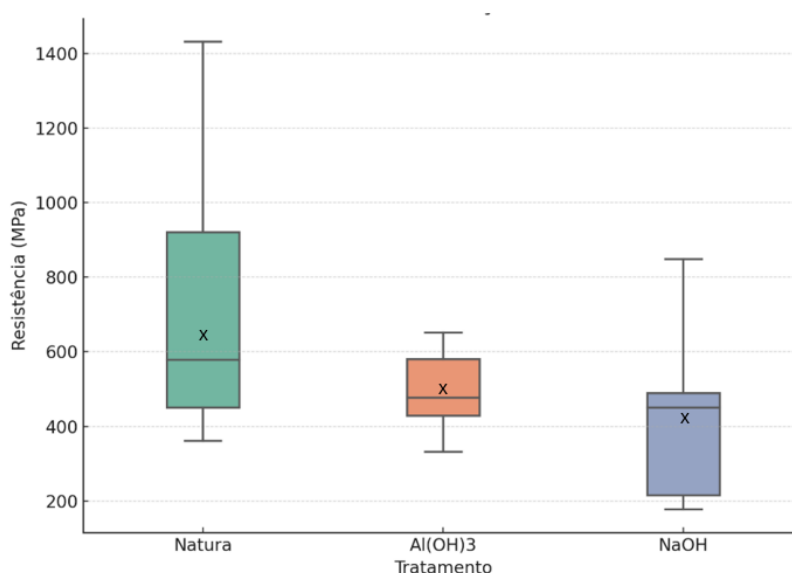
A resistência a tração máxima da fibra tratada com NaOH apontou um valor médio de 506,51 MPa. Aplicando o critério estatístico baseado no intervalo interquartil (IQR) foi identificado o valor de 1157,5 MPa como outlier sendo excluído do cálculo estatístico. Aplicando o teste de normalidade de Shapiro-Wilk, obtendo-se um valor de  $p = 0,4116$  o que indica uma distribuição aproximadamente normal, o que válida a escolha da média de 434,18 MPa como medida representativa da resistência à tração da fibra tratada com NaOH.

Os ensaios demonstram diretamente o impacto dos tratamentos químicos na estrutura das fibras. Um aspecto relevante nos resultados obtidos foi a adoção da suposição de que a seção transversal da fibra possui geometria circular regular, desprezando as irregularidades natural existente ao longo do comprimento da fibra conforme visto nas micrografias, método este utilizado conforme ensaios realizados por Martins (2001) e Litaff (2023). Outros fatores importantes que contribuem para o comportamento mecânico da fibra são, idade da planta, tipo de cultivo e região de plantio. A caracterização da fibra *in natura* foi feita sem nenhum processo de limpeza ou pré-tratamento, foi testada com as mesmas características conforme retirada da embalagem.

Para avaliar os efeitos dos tratamentos na resistência mecânica a tração da fibra de sisal, foi realizado o teste ANOVA para comparar as médias dos três

ensaios realizados, sendo obtido uma estatística F de 2,5223 e um valor-p de 0,1022 superior ao valor de 0,05. Portanto, os resultados indicam a ausência de diferença estatística relevante entre os efeitos promovidos pelos tratamentos alcalinos com a fibra *in natura* na resistência mecânica à tração. É possível observar no Gráfico 8 a proximidade dos valores da média e mediana entre os três grupos, após a eliminação dos outliers. O que reforça a interpretação do teste ANOVA.

**Gráfico 8** – Resistência máxima a tração – Fibra de Sisal



Fonte: Próprio autor, 2025

Estudos realizados por Costa et al. (2012), encontrou um valor médio de resistência a tração de 412,37 MPa para fibra de sisal *in natura* mas com uma grande variação entre os 16 ensaios realizados, comportamento similar com os dados obtidos no presente trabalho. O autor Wambua et al. (2003) traz em seu trabalho um comparativo entre as propriedades das fibras naturais em comparação a fibra de vidro mencionando valores médios de resistência a tração para a fibra de sisal 600 – 700 MPa.

Os resultados obtidos por Martins (2001) demonstraram uma redução de 15,38% na resistência à tração da fibra de sisal após o tratamento com NaOH a

10%. Da mesma forma, Mochnacz (2003) verificou uma diminuição de 26,55% na resistência à tração da fibra de sisal sob as mesmas condições de tratamento. No presente trabalho, o valor médio de resistência à tração após o tratamento com NaOH também seguiu o padrão observado pelos autores citados, apresentando uma redução de 37,1%. Esses resultados sugerem uma degradação estrutural da fibra, o que impacta negativamente na sua resistência mecânica.

A fibra de sisal tratadas com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  apresentaram resistência máxima à tração média de 494,10 MPa. Um valor intermediário entre os resultados obtidos para as fibras naturais 690,54 MPa e NaOH 434,18 MPa. Embora a literatura sobre o tratamento de fibras naturais com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  ainda seja limitada, podemos mencionar o estudo realizado por Pinheiro (2019) que explorou o  $\text{Al}(\text{OH})_3$  como agente de modificação superficial da fibra.

Comparando a lógica dos efeitos dos tratamentos aplicados, o resultado intermediário de resistência a tração da fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  pode ser considerado coerente, uma vez que o tratamento com NaOH é mais agressivo na remoção de lignina e hemicelulose, conforme constado nos ensaios de índice de cristalinidade e nas micrografias observadas. O  $\text{Al}(\text{OH})_3$  atuou de forma mais suave na superfície da fibra com valores de índice de cristalinidade inferior ao do tratamento por NaOH, o espectrograma e as micrografias sugerem a formação de uma camada de óxido de alumínio hidratado na superfície da fibra, o que não degrada a celulose.

A Tabela 4 apresenta os resultados obtidos pelo ensaio de resistência a tração das fibras de sisal *in natura* e após tratamento alcalino.

**Tabela 4** - Resultado do ensaio de tração da fibra

<b>Material</b>	<b><math>\sigma</math> (MPa)</b>	<b>E (GPa)</b>	<b><math>\epsilon</math> (%)</b>
<b>Fibra <i>in natura</i></b>	690,54 ± 183,31	9,2 ± 2,27	7,75 ± 1,28%
<b>Fibra <math>\text{Al}(\text{OH})_3</math> 10%</b>	494,10 ± 61,71	4,89 ± 1,06	11,78 ± 2,86%
<b>Fibra NaOH 10%</b>	434,18 ± 113,67	14,10 ± 3,84	4,05 ± 0,03%

Fonte: Próprio autor, 2025

O comportamento mecânico da fibra de sisal tratada com NaOH revelou um aumento expressivo no módulo de elasticidade 14,10 GPa e, simultaneamente, uma redução acentuada no alongamento na ruptura 4,05%. Os resultados podem estar associados a remoção significativa da matriz amorfa (lignina e hemicelulose) , o que favorece a rigidez e, conseqüentemente, o aumento do módulo de elasticidade de acordo com Khalil et al. (2012). A caracterização da fibra tratada com NaOH obteve um incremento no índice de cristalinidade em 10,96%, provavelmente pela remoção dos componentes amorfo presentes na estrutura da fibra. O que pode ter auxiliado no aumento da rigidez, refletindo no baixo alongamento e favorecendo a ruptura precoce, tornando-a mais suscetível à fratura frágil e reduzindo a resistência à tração da fibra de sisal.

No caso das fibras tratadas com  $Al(OH)_3$ , observou-se um comportamento mecânico atípico, com redução significativa da resistência à tração e do módulo de elasticidade, acompanhada de um aumento expressivo no alongamento na ruptura. As micrografias da fibra tratada com  $Al(OH)_3$  revelaram a presença de resíduos superficiais, possivelmente resultante da deposição do óxido de alumínio. O que pode ter interferido negativamente na rigidez da fibra e ao mesmo tempo pode ter proporcionado um efeito plastificante localizado, permitindo uma maior deformação antes da falha, pela presença de resíduos superficiais de acordo com Khalil et al. (2012).

#### **4.1.6. Alterações visuais após o tratamento**

Após o tratamento alcalino da fibra de sisal, foi observado algumas mudanças estruturais evidentes.

O tratamento com NaOH alterou o aspecto visual da fibra, tornando-a mais contraída, com uma textura mais áspera e um tom amarelado mais escuro. Houve também uma redução considerável na massa inicial, que passou de 60,07 gramas para 43,55 gramas, representando uma perda de 27,5%. Essas alterações podem ser atribuídas à remoção parcial de componentes amorfos, como lignina e hemicelulose, o que pode ter contribuído para uma transformação estrutural da fibra.

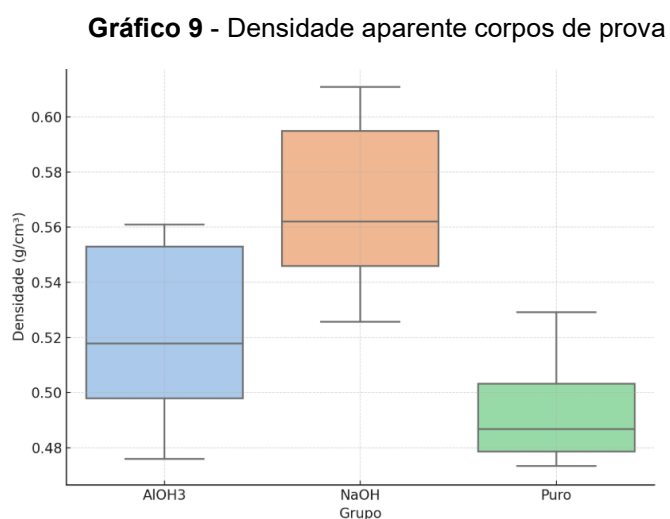
Por outro lado, o tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  revelou estabilidade na massa da fibra, mantendo os valores iniciais. Porém, foi observada uma mudança na coloração da fibra, que se tornou mais esbranquiçada. Esse fenômeno pode indicar a presença de partículas de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  depositadas na superfície da fibra.

Os resultados obtidos com ambos os tratamentos químicos demonstram o impacto diferenciado das soluções de  $\text{NaOH}$  e  $\text{Al}(\text{OH})_3$  sobre a fibra de sisal. Enquanto o  $\text{NaOH}$  promoveu mudanças estruturais e perda de massa significativa, o  $\text{Al}(\text{OH})_3$  atuou de forma mais estável, promovendo apenas alterações visuais.

## 4.2. CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS E PU PURO

### 4.2.1. Densidade aparente

Os ensaios realizados para determinar a densidade aparente dos compósitos foram baseados no cálculo da norma ASTM D1622 conforme ilustrado no Gráfico 9.



Fonte: Próprio autor, 2025

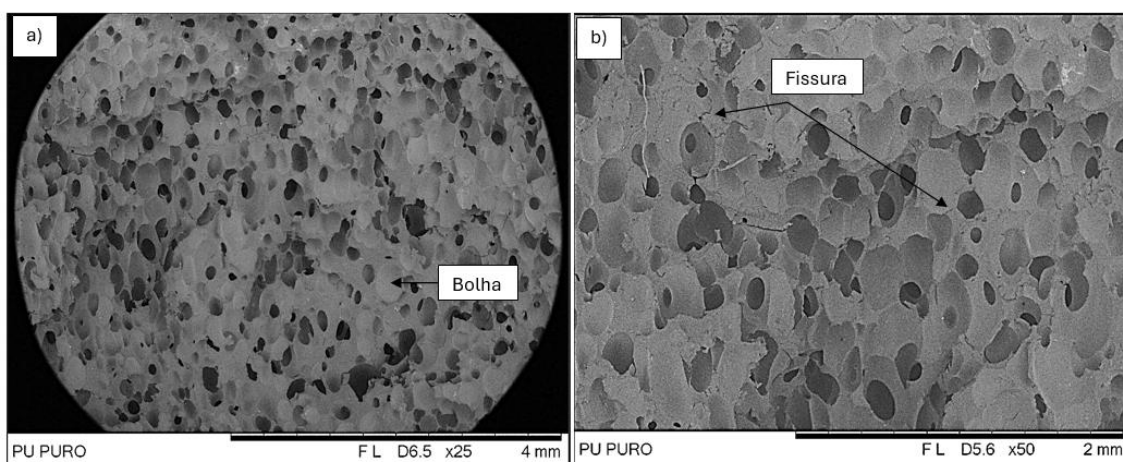
Observou-se que o compósito com fibras tratadas com NaOH apresentou a maior densidade média  $0,5675 \text{ g/cm}^3$ , seguido pelo compósito com fibras tratadas com  $\text{Al(OH)}_3$   $0,5216 \text{ g/cm}^3$ , enquanto o poliuretano puro apresentou a menor densidade  $0,4934 \text{ g/cm}^3$ .

O teste estatístico ANOVA demonstrou que há diferença estatisticamente significativa com impacto real na densidade aparente dos compósitos, com valor de  $p = 0,0014$ . O aumento da densidade no compósito que a fibra recebeu o tratamento por NaOH sugere melhor adesão entre a fibra/matriz devido ao tratamento alcalino.

#### **4.2.2. Análise da fratura (MEV)**

A micrografia da fratura do material PU puro, apresentado na Figura 49, revela uma morfologia caracterizada por uma estrutura altamente porosa, evidenciada pela presença significativa de bolhas de ar e vazios. Os poros possuem tamanhos variados e estão distribuídos de forma relativamente homogênea, o que pode indicar uma boa uniformidade no processo de moldagem, mas também pode sugerir pontos de concentração de tensões, impactando em baixos valores de resistência (MILANESE, 2008).

Os limites dos poros parecem apresentar bordas relativamente suaves, sem sinais de deformação plástica evidente. Isso pode sugerir que o material apresenta comportamento frágil. Além disso, é possível observar fissuras o que contribui para a suposição de uma fratura frágil do material.

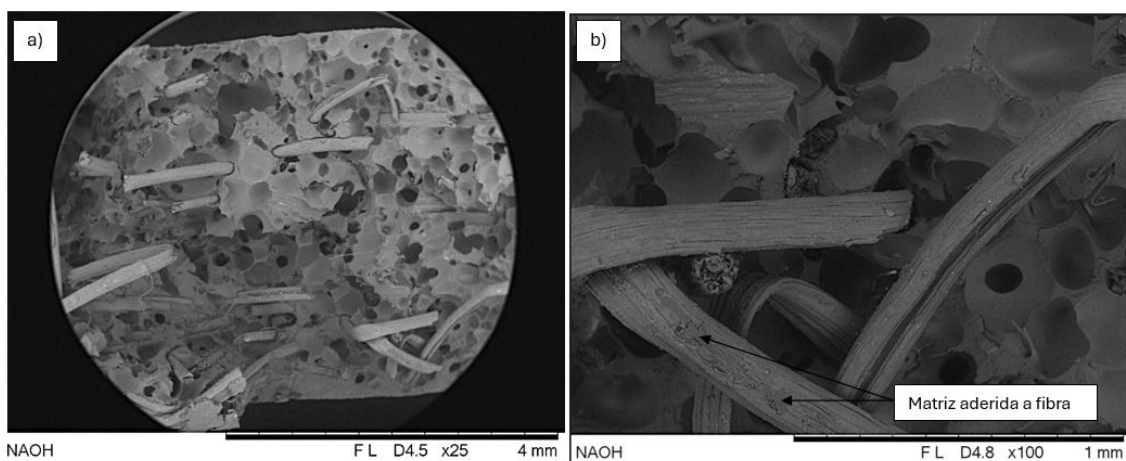
**Figura 48** - Micrografia fratura PU puro, a)x25, b)x50 ampliação

Fonte: Próprio autor, 2025

Ao observar a micrografia da fratura do compósito reforçado com fibra de sisal tratada em NaOH Figura 50, pode-se identificar aspectos característicos que fletam a complexibilidade da estrutura. Como a presença de vazios distribuídos ao longo da matriz polimérica o que pode indicar pontos potenciais de fragilidade. Os vazios na estrutura do PU possivelmente são formados durante o processo de cura por meio do aprisionamento de gases voláteis durante a polimerização, o que compromete a homogeneidade do material contribuindo para redução da resistência do compósito (MILANESE, 2008).

Observa-se também uma distribuição razoavelmente homogênea das fibras com orientações variadas e aleatórias, algumas embebidas na matriz, mas também há algumas áreas onde é possível observar o deslocamento parcial da fibra, indicando regiões com baixa adesão superficial. Existe também regiões onde é verificado sinais de aderência residual da matriz sobre a fibra, o que pode sugerir uma interação mecânica mais eficiente.

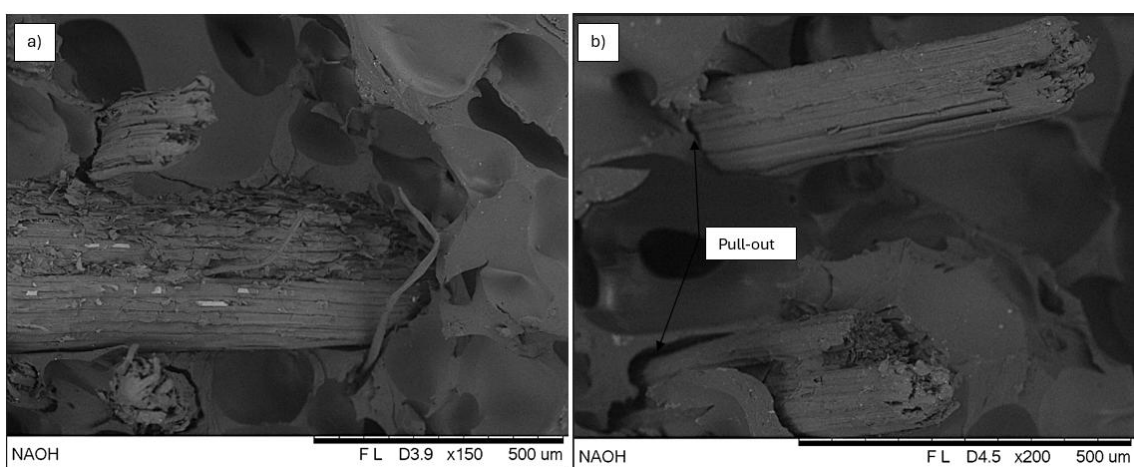
**Figura 49** - Micrografia fratura do compósito PU/Sisal NaOH, a)x25, b)x100, ampliação



Fonte: Próprio autor, 2025

Na região da fratura, conforme Figura 51, é observado a evidência do fenômeno *pull-out*, no qual algumas fibras são removidas da matriz, conforme descrito por Monteiro (2006). Esse fenômeno sugere uma adesão insuficiente entre a fibra/matriz, possivelmente devido a uma interface fraca ou incompatibilidades físicas e químicas entre os materiais. Entretanto na Figura 42 a), observa-se a fragmentação da fibra na fratura, indicando que a falha não ocorreu apenas pela extração *pull-out*, mas também por ruptura do próprio reforço, o que sugere que parte da carga foi transferida da matriz para a fibra, auxiliando na elevação da resistência mecânica do compósito.

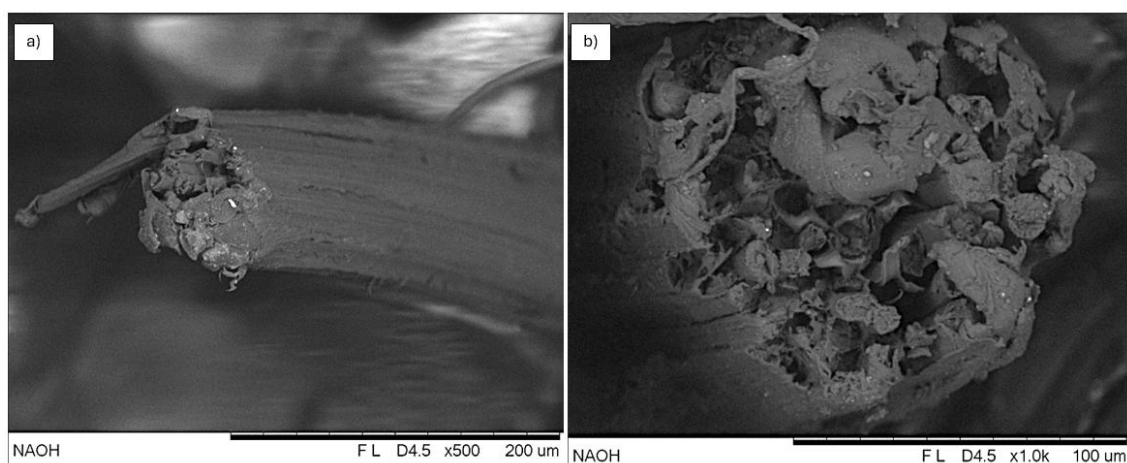
**Figura 50** - Micrografia fratura do compósito PU/Sisal NaOH, a)x150, b)x200, ampliação



Fonte: Próprio autor, 2025

A figura 52 apresenta a fratura transversal da fibra, que revelam importantes características relacionadas ao mecanismo de falha do material. Observa-se que a fratura das fibras não se deu de forma limpa ou perpendicular ao seu eixo, mas sim com aspecto rugoso e irregular, indicando um possível mecanismo de cisalhamento. Esse tipo de ruptura, caracterizado por superfícies inclinadas e a presença de camadas de microfibrilas expostas, sugere que as fibras suportaram tensões antes da falha, absorvendo energia ao longo do processo. Além disso, a ausência de uma fratura limpa com a presença de resíduos de matriz aderidos às fibras indicam que houve uma boa interação interfacial entre o reforço e a matriz.

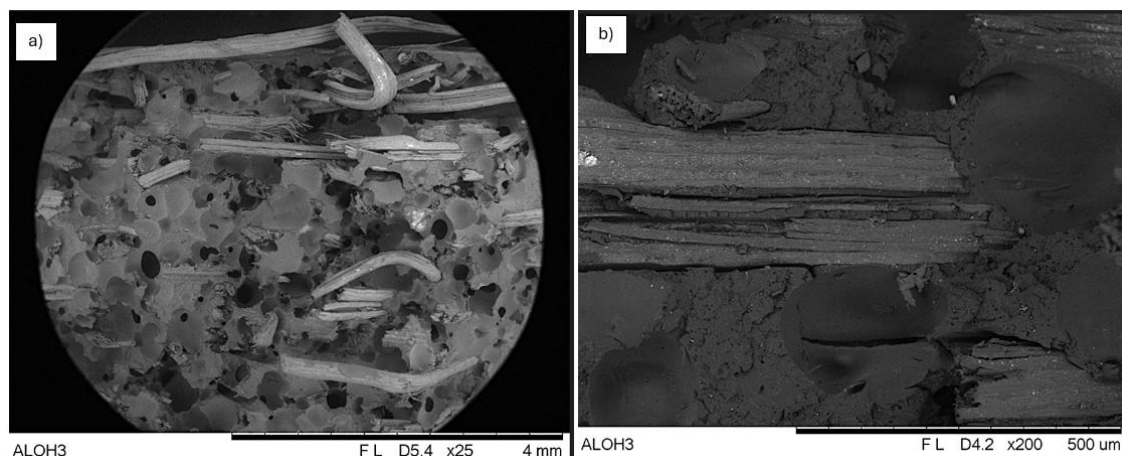
**Figura 51** - Micrografia fratura compósito PU/Sisal NaOH, a)x500, b)x1000, ampliação



Fonte: Próprio autor, 2025

Analisando as micrografias apresentadas na Figura 53, que mostram a ruptura do compósito reforçado com fibra de sisal tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , é possível observar detalhes da estrutura do compósito, como a presença de bolhas e vazios. Nota-se uma menor quantidade de espaços vazios em sua estrutura ao compará-la com a micrografia da fratura do compósito que utilizou fibra tratada com NaOH. Isso faz com que a matriz apresente maior homogeneidade, com menos interrupções em sua estrutura contínua, favorecendo a transferência de tensões e melhorando a resistência mecânica global do material (MILANESE, 2008). Além disso, também é possível identificar o fenômeno de pull-out.

**Figura 52** - Micrografia fratura compósito PU/Sisal  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , a)x25, b)x200, ampliação

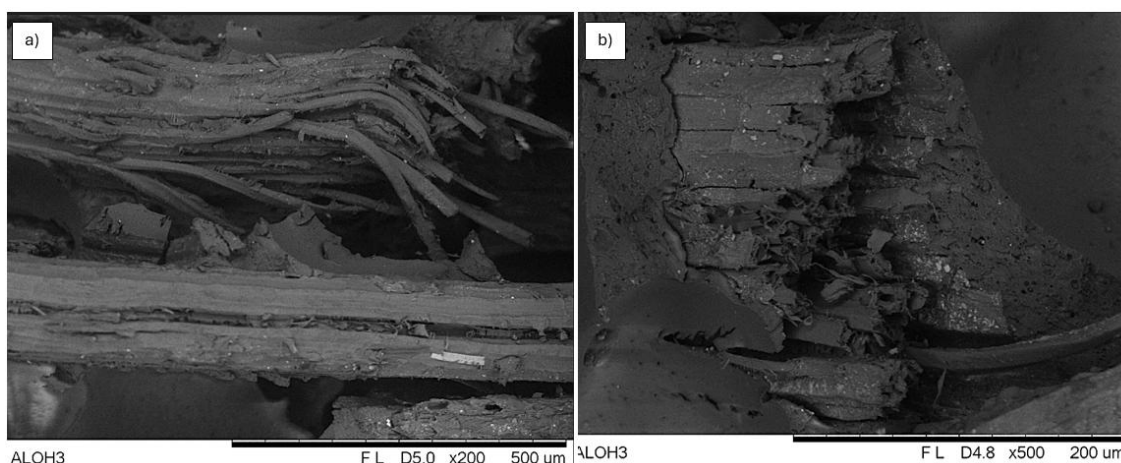


Fonte: Próprio autor, 2025

Observando a micrografia apresentada na Figura 54 é possível observar o comportamento diferenciado da fibra de sisal tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  frente à sollicitação mecânica. A imagem evidencia feixes fibrilares parcialmente separados, com algumas camadas se desprendendo de forma ordenada, característica que sugere a ocorrência de um mecanismo de fratura por cisalhamento, não rompeu de forma direta e brusca, mas sim foi cedendo aos poucos em camadas, como se estivesse “desfolhando”, resistindo ao carregamento até atingir sua capacidade máxima. Isso reforça a ideia de que o tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , mesmo sendo mais suave do que o  $\text{NaOH}$  na remoção da lignina e hemicelulose, conseguiu preservar a estrutura da fibra e contribuiu para um tipo de falha mais resistente e menos frágil.

Outro ponto relevante observado na micrografia da Figura 54 é a presença de pequenas regiões claras (pontos brancos) dispersas ao longo da superfície da fibra. Podendo ser interpretado como partículas residuais de hidróxido de alumínio ou precipitados remanescentes do processo. O que viria a contribuir em propriedades ante chamas e melhorar resistência à tração do compósito, tanto pela proteção superficial da fibra quanto por uma ligação mais eficiente com a matriz.

**Figura 53** - Micrografia fratura compósito PU/Sisal Al(OH)<sub>3</sub>, a)x200, b)x500, ampliação



Fonte: Próprio autor, 2025

#### 4.2.3. Resistência a tração

Os resultados obtidos pelo ensaio de tração dos compósitos e do PU puro estão apresentados na Tabela 5.

**Tabela 5** - Resultado do ensaio de tração do compósito

Material	$\sigma$ (MPa)	E (GPa)	$\epsilon$ (%)
PU Puro	6,46 ± 0,93	0,08 ± 0,01	8,12 ± 0,40 %
Compósito – Fibra NaOH	14,09 ± 1,24	0,56 ± 0,04	2,51 ± 0,11%
Compósito – Fibra Al(OH) <sub>3</sub>	15,14 ± 2,07	0,75 ± 0,1	2,02 ± 0,22%

Fonte: Próprio autor, 2025

Estudos acadêmicos realizados por Souza, (2013) analisou o comportamento mecânico do PU sem reforço na proporção 1:1 encontrou valor de resistência a tração máxima de 6,97 MPa. Outros autores como Sousa (2013) menciona resistência máxima a tensão de 9,99 MPa para o PU puro. Dados mensurados por Mothé e Araújo (2004) encontrou uma resistência a tração de 24,2

MPa para o PU sem reforço, a literatura menciona diferentes dados de resistência do PU, podendo ser explicada pela variedade de produtos e pela estrutura conforme verificado na microscopia eletrônica de varredura. O valor de resistência a tração máxima encontrada no presente trabalho está coerente com os resultados expostos por Sousa (2013) e Souza (2013).

Os valores de resistência à tração máxima dos compósitos com fibras tratadas com NaOH e  $\text{Al}(\text{OH})_3$  não apresentaram grandes variações. O compósito reforçado com fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  obteve um discreto incremento no valor de tensão máxima comparado ao compósito que utilizou a fibra tratada com NaOH. Tal incremento pode ser explicado pela análise da micrografia, que apresentou uma quantidade menor de vazios na região de fratura, um aspecto de delaminação da fibra na ruptura o que pode corroborar para o aumento da resistência a tração.

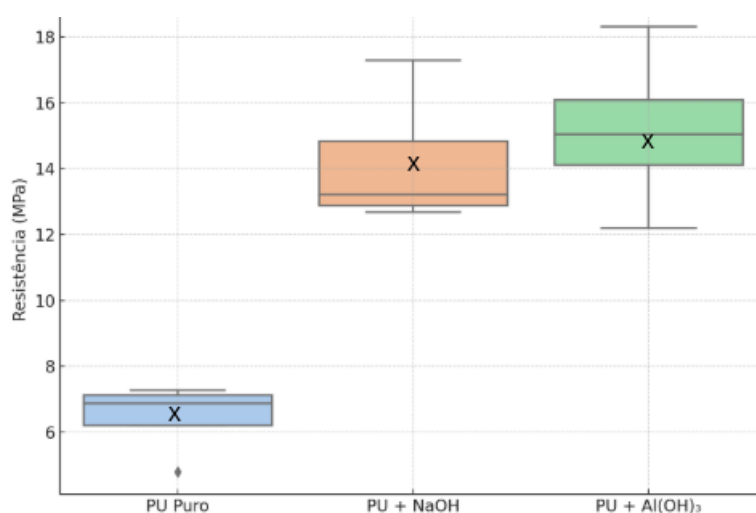
Os resultados do ensaio de tração uniaxial evidenciam de forma clara o impacto positivo do reforço com fibras tratadas quimicamente na matriz de poliuretano (PU). O PU puro apresentou resistência à tração média de  $6,46 \pm 0,93$  MPa, enquanto os compósitos com fibras tratadas com NaOH e  $\text{Al}(\text{OH})_3$  atingiram valores significativamente superior:  $14,09 \pm 1,24$  MPa e  $15,14 \pm 2,07$  MPa, respectivamente. Além disso, o módulo de elasticidade (E) também demonstrou um incremento notável, saindo de  $0,08 \pm 0,01$  GPa para  $0,56 \pm 0,04$  GPa no compósito com fibra tratada com NaOH e para  $0,75 \pm 0,1$  GPa no compósito com fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . A redução da deformação ( $\epsilon$ ), por sua vez, indica que o material se tornou menos elástico e mais rígido com o reforço das fibras, o que pode estar diretamente relacionado ao aumento da rigidez estrutural conferida pelo reforço.

Autores como Milanese (2008), Sousa (2013) e Pereira et al. (2012) mencionaram um aumento da resistência a tração após reforço com fibra de sisal tratada com NaOH. O mesmo comportamento pode ser verificado no presente trabalho com um incremento na resistência a tração do compósito que recebeu a fibra tratada com NaOH e  $\text{Al}(\text{OH})_3$  de 118,11% e 134,36% respectivamente.

Foi realizado o teste estatístico ANOVA para avaliar o comportamento estatístico entre os três grupos observados PU puro, e os compósitos com fibra.

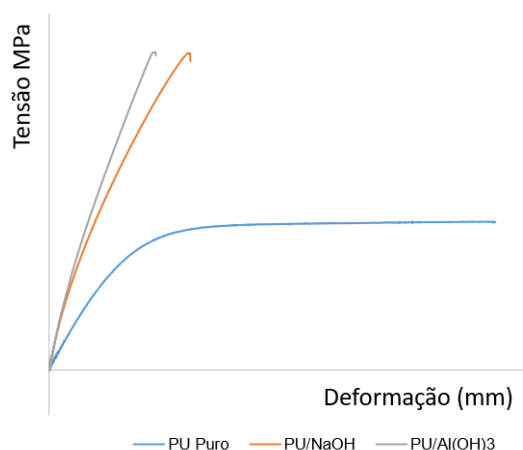
O resultado obtido apresentou um valor de  $F = 26,06$  e um valor de  $p = 0,000067$ , indicando uma diferença estatisticamente significativa entre pelo menos dois dos grupos ( $p < 0,05$ ). O que indica uma interação entre a fibra e a matriz suficiente para permitir a transferência de parte significativa da carga aplicada para as fibras, que apresentam módulo e resistência superiores aos da matriz. O Gráfico 10 demonstra os resultados obtidos para resistência máxima a tração dos materiais analisados.

**Gráfico 10** - Resistência máxima tração - PU puro x compósitos



Fonte: Próprio autor, 2025

Analisando as curvas de tensão x deformação apresentada no Gráfico 11 observa-se que os sistemas reforçados apresentaram comportamento mecânico superior ao do PU puro, tanto em termos de resistência à tração quanto na rigidez inicial. Ambos os reforços apresentam um aumento notável na tensão máxima, indicando que as fibras tratadas atuaram como agentes efetivos de reforço. Porém mostram curvas com término abrupto logo após atingirem a tensão máxima. Esse comportamento é indicativo de uma fratura de natureza mais frágil, onde o material rompe-se de forma súbita, com menor capacidade de deformação residual.

**Gráfico 11** - Tensão x Deformação - PU x Compósitos

Fonte: Próprio autor, 2025

A curva do PU/Al(OH)<sub>3</sub>, posicionada mais à esquerda no gráfico, é a que apresenta a maior inclinação inicial, o que indica um módulo de elasticidade mais elevado. Esse aumento de inclinação reflete a melhoria na resistência à deformação elástica e sugere uma interface mais eficiente entre a matriz polimérica e as fibras tratadas com hidróxido de alumínio.

Com relação ao comportamento plástico, a curva do PU puro apresenta uma longa região de deformação com pouca variação de tensão, característica de um comportamento plástico ou viscoelástico significativo, comum para materiais poliméricos.

#### 4.2.4. Comportamento frente a flamabilidade horizontal

Os resultados obtidos pelo ensaio de flamabilidade horizontal estão apresentados no Quadro 10. Seguindo a ASTM D635 foi possível obter parâmetros para comparar os materiais a partir da classificação HB (Horizontal Burning) dos materiais que passaram no teste.

**Quadro 10** - Resultado ensaio de flamabilidade horizontal ASTM D635

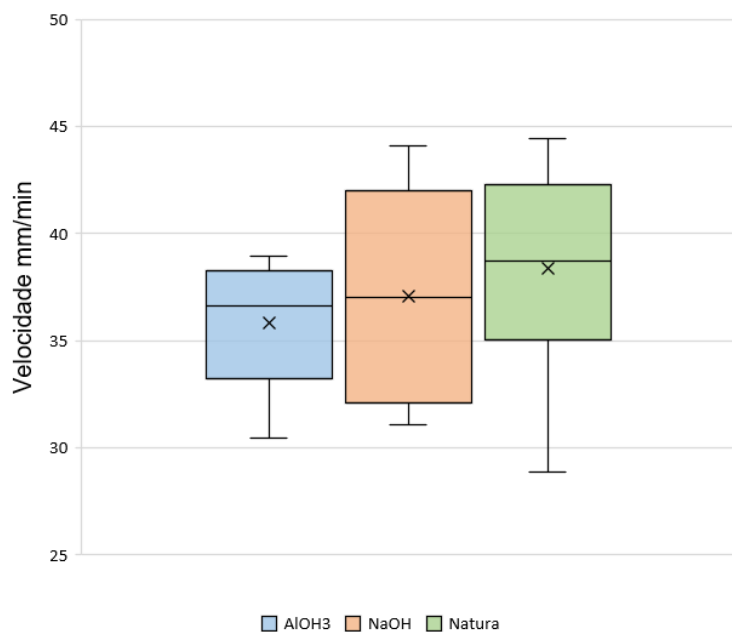
Amostra	$V_{\text{média}}$ (mm/min)
PU Puro	38,35
Compósito PU/Sisal – NaOH	37,05
Compósito PU/Sisal – $\text{Al}(\text{OH})_3$	35,85

Fonte: Próprio autor, 2025

Com base nos resultados do ensaio de flamabilidade horizontal, observou-se que o poliuretano puro apresentou a maior velocidade média de propagação da chama (38,35 mm/min). Já os compósitos reforçados com fibra de sisal foram mais eficientes, reduzindo essa velocidade para 37,05 mm/min no caso do tratamento com NaOH e para 35,85 mm/min no compósito tratado com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Esse último como esperado apresentou o melhor desempenho, o que pode estar relacionado à presença residual de hidróxido de alumínio ou óxidos na superfície da fibra, conforme hipótese verificado pela micrografia e através do ensaio de DRX. Atuando como retardantes de chama, liberando água e formando barreiras protetoras durante o aquecimento.

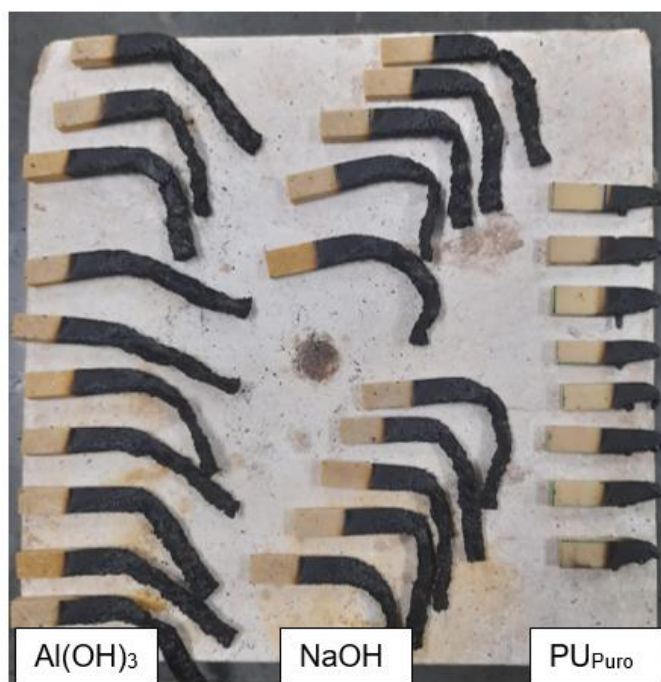
A classificação HB para o ensaio de flamabilidade foi obtida exclusivamente pelo compósito que recebeu o tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , atendendo apenas ao último critério da norma ASTM D635. Este critério estabelece o atingimento da chama na marcação de 100 mm com velocidade inferior a 40 mm/min para amostras com espessura entre 3 e 13 mm. No presente estudo, os corpos de prova utilizados apresentaram uma espessura média de 6,7 mm, situando-se dentro do intervalo especificado pela norma. Além disso, é possível observar no Gráfico 12 o comportamento das velocidades das amostras ensaiadas, verificando-se que alguns corpos de prova de PU puro e com fibra tratada com NaOH apresentam velocidades superiores a 40 mm/min. Esse comportamento, no entanto, não é observado para as amostras que receberam o tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ .

**Gráfico 12** - Velocidade Média de Propagação da Chama em Corpos de Prova com Diferentes Tratamentos de Fibra de Sisal



Fonte: Próprio autor, 2025

A Figura 55 ilustra os corpos de prova após o ensaio de flamabilidade horizontal, evidenciando visualmente os efeitos dos tratamentos químicos nas fibras de sisal no comportamento térmico dos compósitos. Todas as amostras atingiram a marcação de 100 mm do corpo de prova. À direita, os corpos de prova com PU puro apresentam uma carbonização intensa e contínua, refletindo uma degradação quase completa ao longo do corpo de prova, característica da alta velocidade de propagação da chama. Os compósitos com fibras tratadas com NaOH, posicionados ao centro, mostram uma redução significativa da área queimada em comparação ao PU puro. Entretanto, é possível notar uma curvatura mais pronunciada nos corpos de prova com fibra de sisal tratada com NaOH, quando comparados aos tratados com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Essa deformação mais acentuada pode estar relacionada à menor resistência térmica ou à maior flexibilidade do compósito após a combustão. Por outro lado, os melhores resultados foram obtidos com o tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , representado pelos corpos de prova à esquerda da imagem. Observa-se uma área de carbonização mais restrita e uma curvatura menos acentuada, indicando uma estrutura mais estável, tanto térmica quanto mecanicamente, durante a combustão.

**Figura 54** - Corpo de prova ensaio de flamabilidade horizontal

Fonte: Próprio autor, 2025

A análise estatística ANOVA foi aplicada aos resultados do ensaio de flamabilidade. O valor encontrado foi  $F = 0,8015$ , com  $p = 0,4598$ , indicando que não existe uma diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos alcalinos com o PU puro.

#### 4.2.5. Dureza Shore D

Os resultados médios do ensaio de dureza Shore D, referentes aos corpos de prova reforçados com fibras de sisal tratadas e ao PU puro, estão apresentados no Quadro 11.

**Quadro 11** - Valores médios de dureza Shore D - Material composto

Amostra	Dureza Shore D
Pu puro	$50,79 \pm 0,49$
Compósito PU/Sisal – NaOH	$53,09 \pm 2,99$
Compósito PU/Sisal – $\text{Al}(\text{OH})_3$	$56,04 \pm 2,04$

Fonte: Próprio autor

Os resultados de dureza Shore D revelam uma relação direta entre o aumento do módulo de elasticidade com a elevação de dureza Shore D do material, conforme o tipo de tratamento químico aplicado à fibra de sisal. Outro fator que pode ser atribuído ao aumento da dureza estaria relacionado a microestrutura do material, uma vez observado que a fratura do material que recebeu a fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  possui uma estrutura com menor quantidade de vazios.

O poliuretano puro apresentou uma dureza média de 50,79, sendo superado pelos compósitos com fibras tratadas com NaOH (53,09) e, mais significativamente, por aqueles tratados com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  (56,04). Os resultados de dureza Shore D obtidos para as amostras avaliadas demonstram um comportamento coerente com o esperado na literatura. O poliuretano (PU) puro apresentou uma dureza média de 50,79, valor compatível com formulações de PU à base de óleo de mamona, que tipicamente apresentam durezas entre 50 e 60 Shore D, conforme reportado por Monteiro et al. (2023).

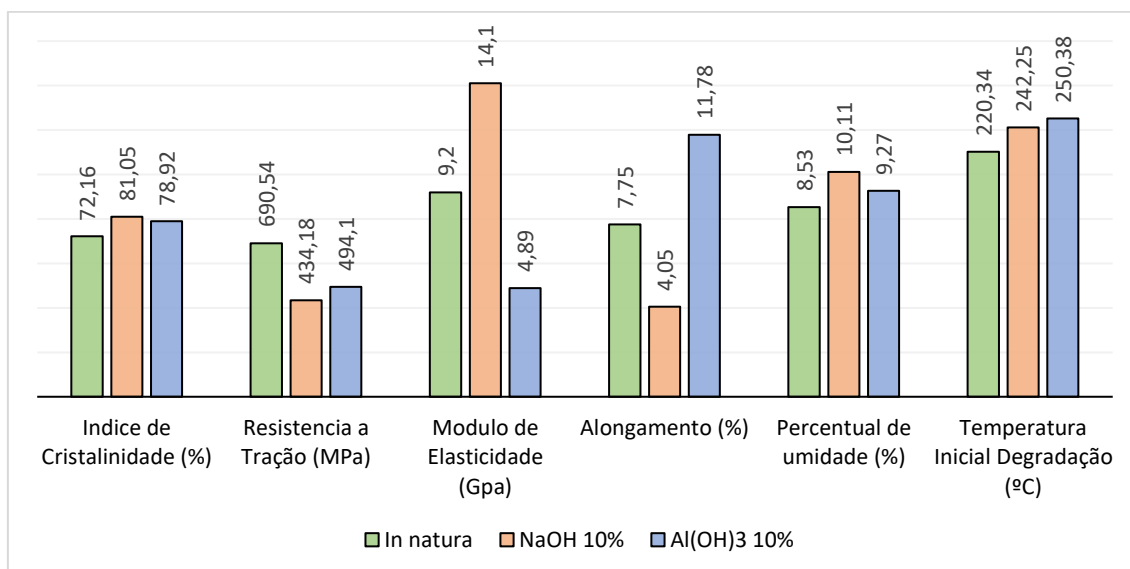
Esse aumento de dureza pode ser interpretado como um indicativo da melhoria na adesão interfacial entre a matriz polimérica e a fibra tratada. O tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , por exemplo, provavelmente contribuiu para uma interface mais rígida e coesa, resultando em um compósito mecanicamente mais estável e resistente à penetração ou deformação superficial.

Foi aplicado o teste estatístico ANOVA nos resultados obtidos, no grupo das 3 amostras foi encontrado valor de  $F = 2,573$  e  $p = 0,1211$ , entre as amostras PU puro com o compósito que recebeu a fibra tratada por NaOH, os valores de  $F = 1,013$  e  $p = 0,343$  ambos os testes indicam que não existe uma diferença estatisticamente significativa entre as amostras com resultado de  $p < 0,05$ . A verificação entre o PU puro e o compósito que recebeu a fibra tratada em  $\text{Al}(\text{OH})_3$  foi encontrado os valores de  $F = 16,949$  e  $p = 0,00623$ , comprovando que existe uma diferença estatisticamente significativa para o tratamento da fibra com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ .

### 4.3. COMPARATIVO ENTRE OS RESULTADOS

A análise cruzada dos resultados obtidos permite compreender o impacto direto dos tratamentos químicos sobre as propriedades da fibra e, consequentemente, sobre o desempenho global dos compósitos. A comparação entre a fibra *in natura* e as fibras tratadas com soluções de NaOH e Al(OH)<sub>3</sub>, apresentada no Gráfico 13, evidencia que o tratamento com NaOH resultou na maior cristalinidade (81,05%), enquanto o tratamento com Al(OH)<sub>3</sub> apresentou melhor equilíbrio entre estabilidade térmica e resistência à tração. Além disso, o teor de umidade aumentou nas fibras tratadas, com maior afinidade à água observada na amostra com NaOH, o que pode estar relacionado à remoção de lignina e exposição de grupos hidroxila. As alterações morfológicas observadas por MEV também foram mais acentuadas nas fibras tratadas, favorecendo a adesão com a matriz polimérica.

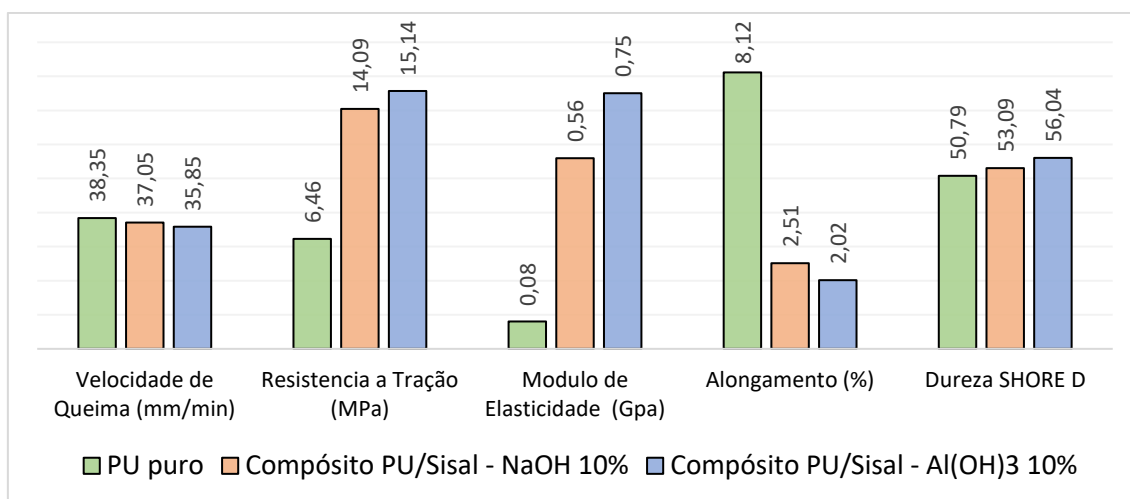
**Gráfico 13** - Resultados dos ensaios de caracterização da fibra de sisal *in natura* x tratamentos alcalinos



Fonte: Próprio autor, 2025

No que se refere ao desempenho dos compósitos em comparação ao PU puro, o Gráfico 14 demonstra ganhos significativos em propriedades como resistência à tração, dureza Shore D e comportamento frente à chama. O compósito com fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  foi o único a atender à classificação HB da norma ASTM D635, com velocidade de queima inferior a 40 mm/min, além de apresentar elevada resistência térmica. Já o compósito com fibra tratada com NaOH apresentou a maior dureza média, embora com desempenho inferior em termos de estabilidade térmica e flamabilidade.

**Gráfico 14** - Resultados dos ensaios de caracterização dos compósitos x PU



Fonte: Próprio autor, 2025

Essa análise reforça que o desempenho final do compósito é resultado de uma combinação sinérgica entre as características estruturais da fibra e a qualidade da interface com a matriz. Enquanto o NaOH favorece propriedades superficiais como a dureza, o  $\text{Al}(\text{OH})_3$  proporciona maior resistência térmica e integridade estrutural em condições agressivas. Dessa forma, a escolha do tratamento ideal deve considerar a aplicação final desejada, equilibrando desempenho mecânico, térmico e resistência ao fogo conforme os requisitos específicos do uso do material.

## 5. CONCLUSÃO

O presente estudo propôs a formulação e caracterização de compósitos à base de poliuretano (PU) vegetal reforçados com fibras de sisal tratadas com NaOH e  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , visando a obtenção de um material sustentável com desempenho mecânico e térmico superior ao PU puro. A abordagem mostrou-se viável tanto técnica quanto ambientalmente, ao incorporar matérias-primas renováveis com potencial de aplicação industrial.

O tratamento com NaOH promoveu maior cristalinidade nas fibras (81,05%), porém reduziu mais intensamente a resistência à tração, enquanto o tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  apresentou melhor equilíbrio entre estabilidade térmica e resistência mecânica. A fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  também se destacou quanto à resistência térmica ( $T_i = 250,38 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e comportamento frente à chama. As análises por MEV confirmaram alterações morfológicas importantes após os tratamentos, favorecendo a adesão à matriz.

Nos compósitos, a adição de 35% de fibra resultou em aumento da resistência à tração e dureza Shore D. O compósito com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  atendeu à classificação HB da norma ASTM D635, confirmando seu desempenho superior frente à propagação de chama. A boa integração entre matriz e reforço foi evidenciada por fratura por cisalhamento nas análises de MEV.

O compósito reforçado com fibra tratada com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  demonstrou bom desempenho estrutural e térmico, com propriedades adequadas para aplicações que exigem resistência mecânica associada à segurança frente ao fogo, como revestimentos internos na indústria automotiva, painéis isolantes, mobiliário sustentável e componentes para construção civil não estrutural. Durante os ensaios de flamabilidade, observou-se que, embora o material tenha sido consumido pela chama, não apresentou emissão de resíduos incandescentes nem gotejamento de material em combustão. Um comportamento técnico relevante que indica estabilidade da matriz e integridade superficial sob ação térmica. Essa característica contribui para mitigar o risco de ignição secundária, sendo altamente desejável em ambientes onde a segurança passiva contra incêndio é crítica.

Por fim, observou-se que o desempenho final do compósito depende não apenas da resistência da fibra isolada, mas também da qualidade da interface fibra/matriz. A escolha de insumos naturais, como óleo vegetal e sisal, contribui para a redução do impacto ambiental e aponta para a viabilidade de desenvolver compósitos ecológicos e seguros para uso industrial, desde que se assegure a padronização da matéria-prima vegetal.

## 6. TRABALHOS FUTUROS

A presente dissertação demonstrou a viabilidade da produção de compósitos sustentáveis de poliuretano vegetal reforçado com fibra de sisal tratada quimicamente, focando na caracterização térmica, mecânica e de flamabilidade. Como continuidade e aprofundamento da pesquisa, sugerem-se os seguintes trabalhos futuros:

Estudo da durabilidade dos compósitos em ambientes agressivos, como umidade elevada, radiação UV e agentes químicos, para avaliar sua resistência ao envelhecimento acelerado e possíveis aplicações externas.

Avaliação do comportamento térmico e ignífugo com outras concentrações de fibra, investigando diferentes percentuais de reforço (ex.: 20%, 40%, 50%) para observar os limites ideais de desempenho mecânico e térmico.

Realização de análise por EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) nas fibras tratadas com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , para confirmar a presença de alumínio residual e evidenciar, de forma elementar, a possível deposição de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  detectada indiretamente por DRX e MEV.

Avaliação do efeito da variação da concentração de NaOH e  $\text{Al}(\text{OH})_3$  nos tratamentos químicos das fibras, para compreender o impacto direto na estrutura morfológica, índice de cristalinidade, resistência mecânica e desempenho térmico e ignífugo dos compósitos. Essa análise pode auxiliar na definição de concentrações ótimas, equilibrando remoção de componentes amorfos e preservação da integridade da celulose.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

ANGRIZANI, Clarissa C.; AMICO, Sandro C.; CIOFFI, Maria O. H.; ZATTERA, Ademir J. Influência da espessura nas propriedades mecânicas de compósitos híbridos Inter laminares de curauá/vidro/poliéster. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 24, n. 2, p. 184-189, 2014.

BORGES, Eugenio Renoir de Góes. Desenvolvimento e caracterização física e mecânica de painéis de poliuretano com fibras de curauá e resíduos madeireiros. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2019.

CALLISTER, William D. Jr. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1999.

CARVALHO, Janaina Elizabeth de. Caracterização do poliuretano derivado de óleo vegetal para confecção de dispositivo de assistência ventricular. São Carlos, SP: Universidade de São Paulo, 2014. Dissertação (Mestrado em Ciências).

COSTA, Deibson Silva da; SANTOS, Izael Pinho dos; PEREIRA, Léo César de Oliveira; LACERDA, Nelson Ned Nascimento; FUJIYAMA, Roberto Tetsuo. Características mecânicas e microestruturais de fibras de bambu e sisal. *Anais do 67º Congresso ABM Internacional*, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2012.

COUTINHO, F. M. B.; DELPECH, M. C. Poliuretanos como materiais de revestimento de superfície. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 9, n. 1, p. 41-51, 1999. DOI: 10.1590/S0104-14281999000100006.

DIAS, Gabriel Silva. Compósito aplicado em sistema de freio de protótipo Baja: polímero biobased reforçado com fibras de sisal. 2017. Trabalho de Graduação (Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Campus de Guaratinguetá, 2017.

DOMINGUES, Gabriel Laridondou. Análise do comportamento de materiais compósitos com relação à variação da espessura do núcleo sob ensaios de flexão. 2021. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Paraná, 2021.

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

FIORELLI, J., BARRERO, N. G., SAVASTANO Junior, H., & FROLLINI, E. Potencial de Fibras Naturais na Construção de Compósitos para Aplicações Sustentáveis. *Revista Ciência & Engenharia*, 2012.

FONSECA, R. P. Influência de diferentes tipos de fibras vegetais amazônicas no desempenho de uma argamassa a base de cimento Portland e Metacaulim. Dissertação de Doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2021.

JUNIOR, Vilson Dalla Libera. Laminados de Fibra de Curauá/Epóxi Obtidos a Partir de Pré-Impregnados. 2019. Dissertação (Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia) – Universidade de Brasília, Faculdade Gama, Brasília, 2019.

KHALIL, H. P. S. A.; ALKHAFAJI, A. S.; BUZIAK, B. C.; ISLAM, M. S.; KHOO, C. G.; SURYADI, N.; AFANDI, M.; NIK FUAAD, N. A.; ZIAUDDIN, M.; SITI FATEHA, T. I. Natural fiber reinforced hybrid polymer composites: review on physicochemical, morphological, mechanical and thermal properties. *Carbohydrate Polymers*, v. 86, n. 1, p. 1–18, 2012.

KOTIK, H. G. Fibras naturais e compósitos reforçados com fibras naturais: a motivação para sua pesquisa e desenvolvimento. *Revista Matéria*, 2019.

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

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

MARTIN, A.R. et al. Caracterização Química e Estrutural de Fibra de Sisal da Variedade Agave sisalana. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, n. 1, vol. 19, p. 40-46, 2009.

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

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

MILANESE, A.C. Caracterização de compósitos de matrizes poliméricas reforçadas com fibras de sisal e de vidro. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista (UNESP), 2008.

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

MONTEIRO, Sergio et al. Análise da resistência à tração de compósitos de matriz poliuretano derivado do óleo de mamona reforçados por fibra de cipó titica. *Anais do Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECEMAT*, v. 1, p. 2000–2013, 2023. DOI: 10.5151/2594-5327-39923.

MONTEIRO, S. N.; D'ALMEIDA, J. R. M. Ensaios de Pullout em Fibras Lignoce-lulósicas – Uma Metodologia de Análise. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica. Universidade Estadual do Norte Fluminense, Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV), Campos dos Goytacazes, Brasil, 2006.

MORITA, Mariely Carolina. Compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com fibra de sisal. 2020. 38 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2020.

NEIRA, Dorivalda Santos Medeiros. Fibras de sisal (Agave sisalana) como isolante térmico de tubulações. 2005. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2005.

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

OLIVEIRA, Robson Morijo de. Compósito de poliuretano elastomérico reforçado com fibra de juta: propriedades dinâmico-mecânicas e viscoelásticas. Sorocaba, SP: Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), 2013.

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

PEREIRA, Artur Camposo; MONTEIRO, Sergio Neves; MARGEM, Frederico Muylaert. Comportamento em tração de compósitos com matriz poliéster reforçados com fibras de sisal. In: 67º Congresso Anual da ABM – Internacional, São Paulo, 2012. Anais [...]. São Paulo: ABM, 2012. p. 2000–2013.

PINHEIRO, Caio Henrique. Modificação de superfície de fibras de sisal com óxido de alumínio hidratado para aplicação em compósitos de matriz epóxi. Dissertação (Mestrado em Química) – Instituto de Química, Universidade de São Paulo, 2019.

RODRIGUES, J., SOUZA, J. A., & FUYIYAMA, R. (2015). Compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais da Amazônia fabricados por infusão. *Revista Matéria*, 20(4). Disponível em [Revista Matéria](#).

SHACKELFORD, James F. Ciência dos materiais. 7. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008.

SILVA, Ênio Henrique Pires da. Síntese e caracterizações da espuma rígida de poliuretano derivada de óleos vegetais dopada com hidróxido de alumínio. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Cornélio Procópio, 2020.

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

SILVA, R. V.; SILVESTRE FILHO, G. D.; SANTOS, N. C.; BOSE FILHO, W. W.; CARVALHO, J.; SPINELLI, D. Comportamento mecânico do compósito sisal/poliuretano derivado de óleo de mamona. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 14., 2000, São Pedro - SP. Anais [...]. São Pedro: CBE-CIMat, 2000.

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

SOARES, Márcio Steinmetz. Síntese e caracterização de espumas de poliuretano para imobilização de células íntegras e aplicação na síntese de biodiesel. Lorena, SP: Universidade de São Paulo, 2012. Dissertação (Mestrado em Ciências – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química).

SOUSA, Lauren Karoline de. Produção e caracterização mecânica de compósitos de resina poliuretana à base de óleo de mamona e fibras de rami, sisal e bucha vegetal. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2013.

SOUZA, Débora Rosa da Silva. Preparação e Caracterização de Poliuretano à Base de Poli( $\epsilon$ -Caprolactona) Reforçado com Nanocristais de Celulose. Dissertação (Mestrado em Química – Físico-Química) – Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

Supremo Tribunal Federal. Recurso Extraordinário (RE) 732686. Tema 970: Constitucionalidade de leis municipais que obrigam a substituição de sacolas plásticas por biodegradáveis. Brasília, 2022.

WAMBUA, P.; Ibach, R.; Scheffler, C.; Kalia, S. Natural Fibers: Can They Replace Glass in Fiber Reinforced Plastics? *Composites Science and Technology*, v. 63, n. 9, p. 1259-1264, 2003.

ASTM D 635. Standard Test Method for Rate of Burning and/or Extent and Time of Burning of Plastics in a Horizontal Position. ASTM International, 2022.

ASTM D-1622. Standard Test Method for Apparent Density of Rigid Cellular Plastics. ASTM International, 1975.

ASTM D 2240. Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness. ASTM International, 2022.

ASTM D 3039. Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. ASTM International, 2000.

ASTM D 3379-75. Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus for High-Modulus Single-Filament Materials. ASTM International, 1975.