



# CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA

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

# Introdução



O uso crescente de polímeros derivados do petróleo, tem gerado impactos negativos devido ao alto tempo de decomposição e à liberação de substâncias tóxicas. Esses materiais, além de não serem biodegradáveis, apresentam riscos à saúde e ao meio ambiente. Por isso, há um avanço na pesquisa por alternativas sustentáveis, como óleos vegetais aplicados como polioli e fibras naturais usadas como reforço em compósitos.

## **Principais impactos e justificativa:**

- Tempo de decomposição elevado (100–450 anos).
- Liberação de compostos tóxicos (ex: TDI).
- Danos ao meio ambiente e à saúde humana.
- Dificuldade de reciclagem dos termorrígidos (PU).
- Necessidade de alternativas sustentáveis e renováveis.
- Potencial socioeconômico com uso de fibras naturais.
- Legislação e incentivo a materiais sustentáveis.





# Objetivos

Desenvolver e caracterizar dois compósitos poliméricos à base de poliuretano (PU) vegetal, utilizando como reforço fibras de sisal submetidas a diferentes tratamentos alcalinos: um com hidróxido de sódio (NaOH) e outro com hidróxido de alumínio  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Avaliar o desempenho térmico, morfológico, químico e mecânico.

## Síntese do Compósito

- Mistura 1:1 de pré-polímero (MDI) + polioli vegetal
- Reforço: fibra de sisal (35%), tratada com NaOH e  $\text{Al}(\text{OH})_3$  - 10% concentração (m/v)
- Disposição aleatória, comprimento  $\approx$  60 mm

## Caracterização da Fibra (in natura e tratada)

- Cristalinidade (DRX)
- Umidade (balança infravermelho)
- Tração (ASTM D 3379-75)
- Morfologia (MEV)
- TGA (estabilidade térmica)

## Caracterização do Compósito

- Densidade (ASTM D-1622)
- Tração (ASTM D 3039)
- Fratura (MEV)
- Flamabilidade horizontal (ASTM D 635 adaptada)
- Dureza Shore D (ASTM D 2240)



# Justificativa



## **Contexto Ambiental**

A produção de polímeros a partir do petróleo contribui para **emissões de gases de efeito estufa**, como o metano. Necessidade urgente de **novas tecnologias sustentáveis** que minimizem os impactos ambientais.

## **Compromissos Internacionais**

Durante a **COP26**, o Brasil se comprometeu a reduzir em **50% as emissões de GEE até 2030**. Urgência na substituição de **insumos fósseis** por **fontes renováveis**.

## **Soluções Propostas na Pesquisa e Relevância Científica**

Uso de **poliol vegetal** em substituição ao derivado do petróleo.

Aplicação de **fibra de sisal** como reforço natural, e maior Biodegradabilidade e menos tóxico.

Incentivo ao **uso de recursos naturais renováveis** e ao **aproveitamento agrícola**.





## Poliuretano

O poliuretano PU é um polímero sintético descoberto em 1937 pelo químico industrial Otto Bayer.

A sintetização do PU ocorre pela reação química entre dois componentes principais o Diisocianato e o Polioliol, formando ligações uretânicas.

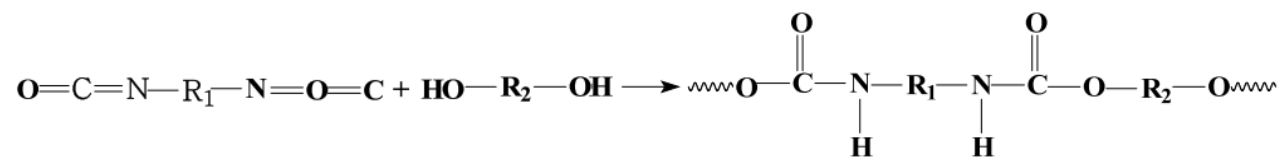
É classificado como um copolímero devido à disposição dos diferentes meros distribuídos por bloco na cadeia polimérica, composto por segmentos rígidos e flexíveis

O isocianato pode possuir diferentes tipos de estrutura

- Aromática – Alifáticos – Cicloalifáticos – Policíclicos

Os tipos de polioliol mais empregados

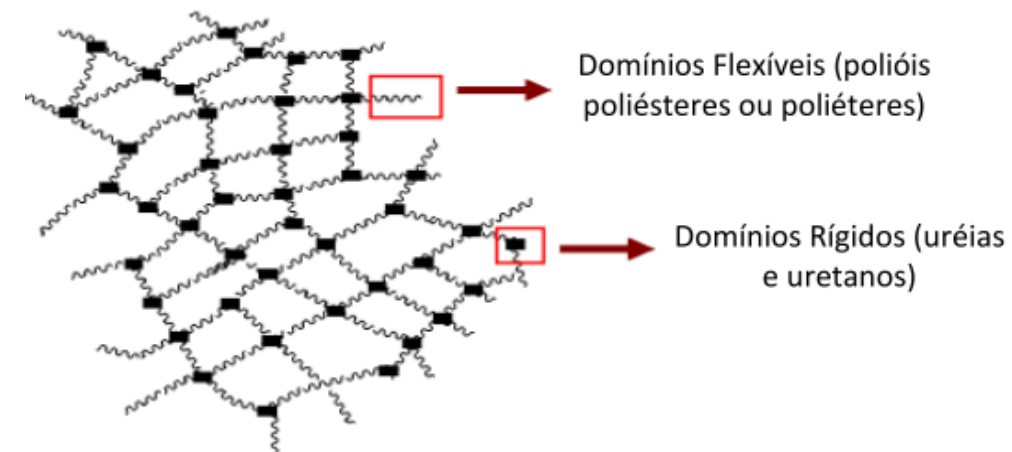
- Ésteres – Éteres – Óleo vegetal



*di-isocianato*

*polioliol*

*poliuretano*



Fonte: Silva, 2003





## Material Compósito

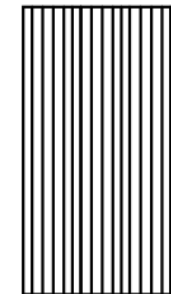
Materiais compósitos são formados pela combinação de dois ou mais componentes com propriedades distintas, sendo uma fase contínua (matriz) e uma fase dispersa (reforço).

- **Matriz** (Fase Contínua): pode ser metálica, polimérica ou cerâmica.
- **Reforço** ( Fase Dispersa): fibras ou partículas com função estrutural.

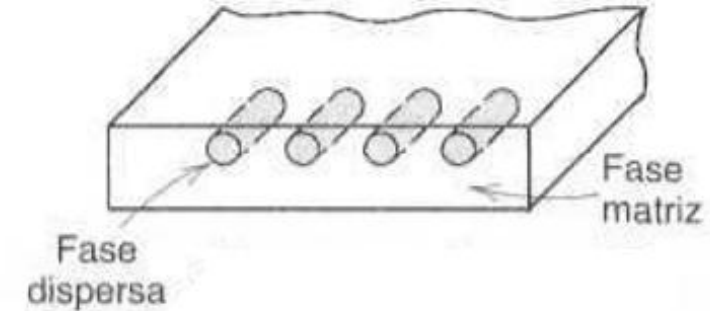
**OBJETIVO** → obter propriedades superiores às dos componentes individuais.

Tipos de orientação das fibras no reforço.

- Contínuas ou Descontínuas
- Alinhadas ou aleatórias



Fonte: Silva, 2003



Fonte: Calister, 1999





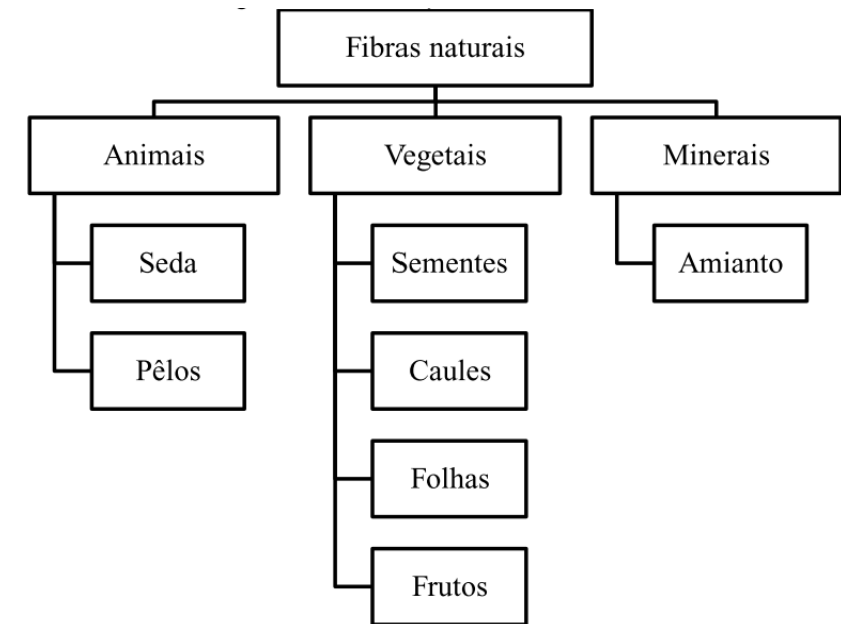
## Fibras Naturais e Lignocelulósicas

A crescente busca por materiais sustentáveis impulsiona o uso de fibras naturais em compósitos. Essas fibras são classificadas conforme sua origem em animal, mineral e vegetal — sendo as vegetais, como o sisal, as mais utilizadas por suas boas propriedades mecânicas e abundância na natureza.

Fibras Vegetais também chamadas **lignocelulósicas**.  
compostas por: **celulose, hemicelulose e lignina**.

### Vantagens X Desvantagens:

- Baixo Custo
- Biodegradabilidade
- Boa Resistência Mecânica
- Menor abrasividade
- Menor Consumo Energético
- Alta absorção de umidade
- Baixa adesão a matriz
- Alta variação conforme origem e processamento



Fonte: Borges, 2019.





## Fibras Naturais e Lignocelulósicas

**Estrutura da Fibra Vegetal**, Composta por microfibrilas de celulose unidas por hemicelulose e lignina. Possui parede celular com camadas helicoidais e lúmen central que transporta água e nutrientes.

**Celulose:** principal componente, responsável pela resistência mecânica

**Hemicelulose:** liga as microfibrilas; é amorfa e solúvel em meio alcalino.

**Lignina:** confere rigidez, impermeabilidade é hidrofóbica.

### Composição do Sisal:

Celulose → 67 – 78 %

Hemicelulose → 10 – 14 %

Lignina → 8 – 11 %

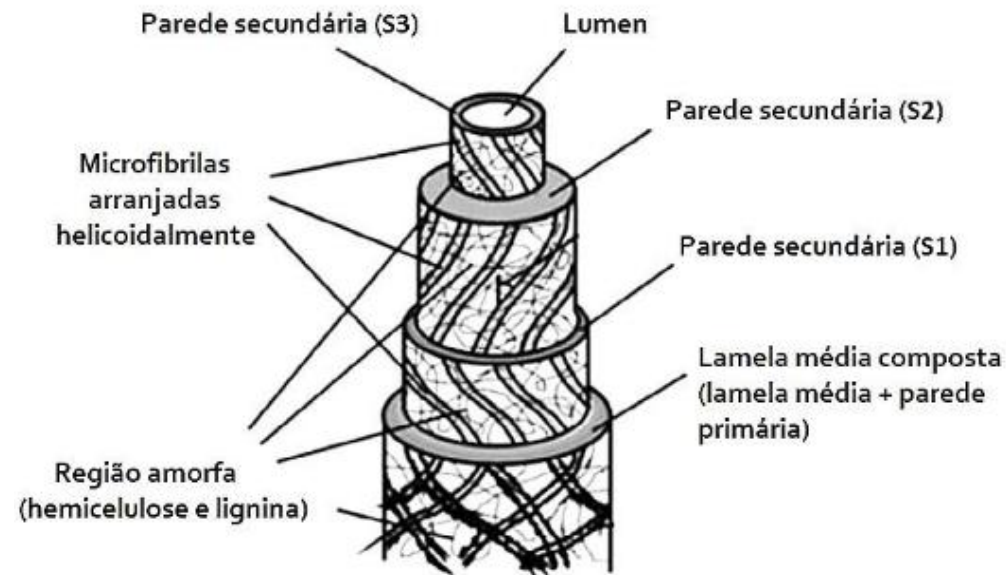
Densidade → ~ 1,45 g/cm<sup>3</sup>

### Classificação por Comprimento:

Longa > 900 mm

Média 710 – 900 mm

Curta < 710 mm



Fonte: Junior, 2019





Modificações químicas, como o tratamento alcalino, promovem essa interação ao remover impurezas da superfície da fibra e melhorar sua compatibilidade com a matriz.

**A boa aderência** entre fibra vegetal e matriz polimérica é essencial para o desempenho dos compósitos.

- Tratamento alcalino (NaOH) remove **lignina, hemicelulose**, ceras e graxas.
- Aumenta **aspereza superficial** e a **crystalinidade** da fibra.
- Favorece a **ancoragem mecânica** e a **adesão química** à matriz.
- Eficiência depende de **tempo, concentração e temperatura**.





## Materiais Utilizados

### Fibra de Sisal

- Fios secos e finos, adquiridos da APAEB Sisal – Valente (BA)
- Sem informação de tratamento prévio

### Reagentes Químicos

- NaOH (10%) – em escamas, pureza 97,5% (ACS Científica)
- Al(OH)<sub>3</sub> (10%) – em pó, fornecido pela Êxodo Científica

### Poliuretano (PU)

- Componente A: Isocianato (IC200), densidade 1,18 g/cm<sup>3</sup>
- Componente B: Poliál vegetal (KDG1909), densidade 1,01 g/cm<sup>3</sup>
- da mistura: 1:1 (massa)



Fonte: Próprio autor, 2025





## Tratamento Químico da Fibra

### Processos.

**Pesagem:** Fibras / Reagentes químicos

**Lavagem:** Água destilada 1 hora.

**Mercerização:** Imersão por 1h em solução alcalina.

**Lavagem final:** pH ~7.

**Secagem:** Estufa a 100 °C.



Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio autor, 2025





## Preparação dos Compósitos

### 1ª Etapa – Preparação da fibra

Fibras cortadas em comprimento  $\approx 60$  mm

Encontrar a densidade da resina de PU

Proporção do reforço: inclusão de 35% em massa de fibra

Compressão da fibra:  $\approx 29,7$  kg por 2h



Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio autor, 2025





## Preparação dos Compósitos

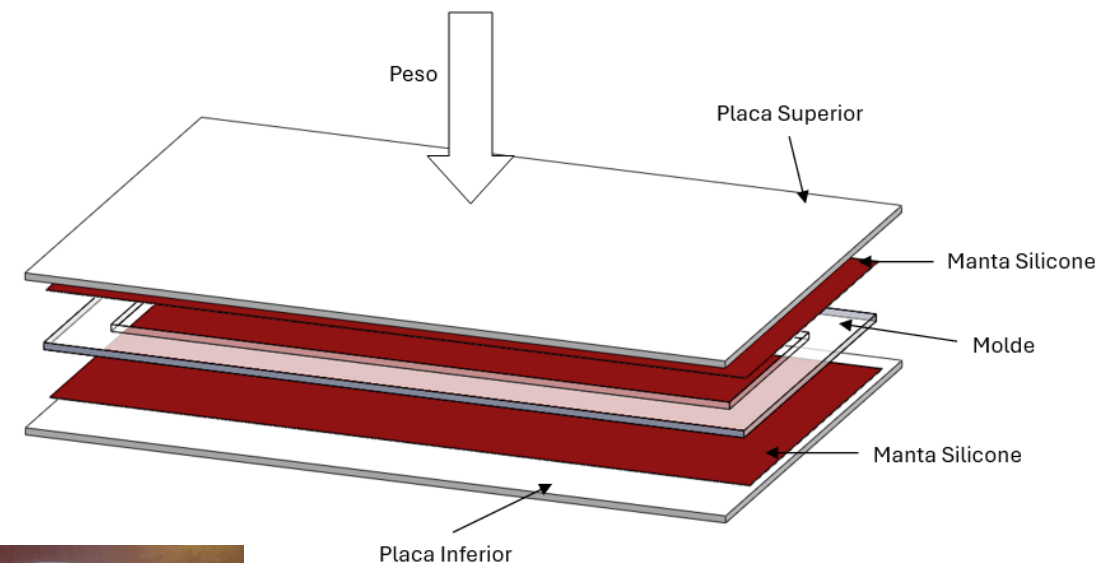
### 2ª Etapa – Preparação do compósito

Molde com dimensões: 90 × 265 × 3 mm

Mistura PU: 1:1 (componente A e B)

Moldagem e cura: 4h com expansão controlada

Molde com dimensões: 90 × 265 × 3 mm



Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio autor, 2025





## Fibra de Sisal - Ensaio Realizados

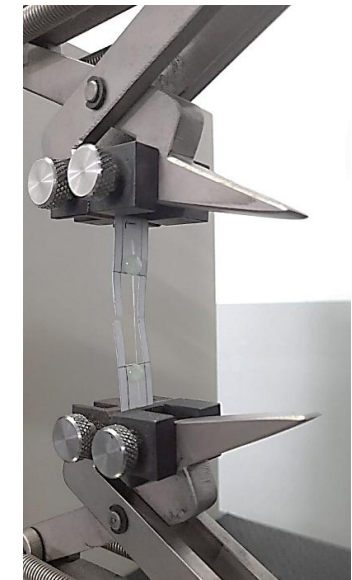
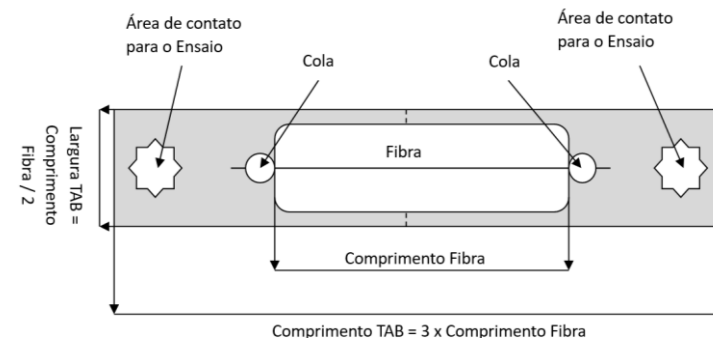
**Cristalinidade (DRX)** - Método de Segal para quantificação da fase cristalina.

**Umidade** - Balança de infravermelho

**Morfologia**

**Tração (ASTM D3379-75)**

**TGA/DTG**





## Material Polimérico e Compósito -Ensaio Realizados

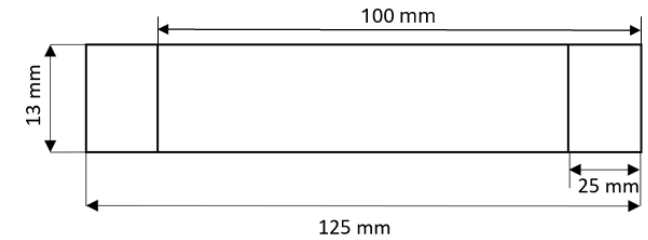
Densidade (ASTM D-1622)

Tração (ASTM D3039)

Morfologia da Fratura (MEV)

Flamabilidade (ASTM D635 )

Dureza Shore D (ASTM D2240)



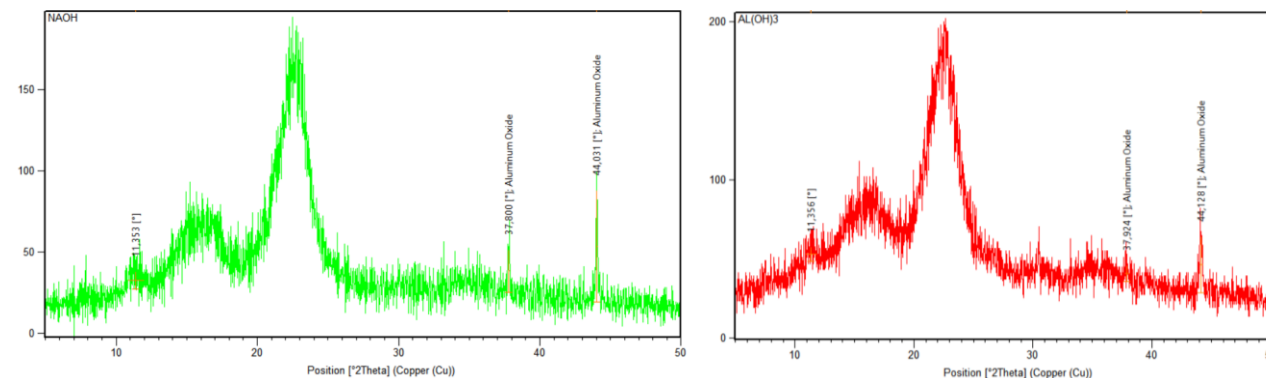
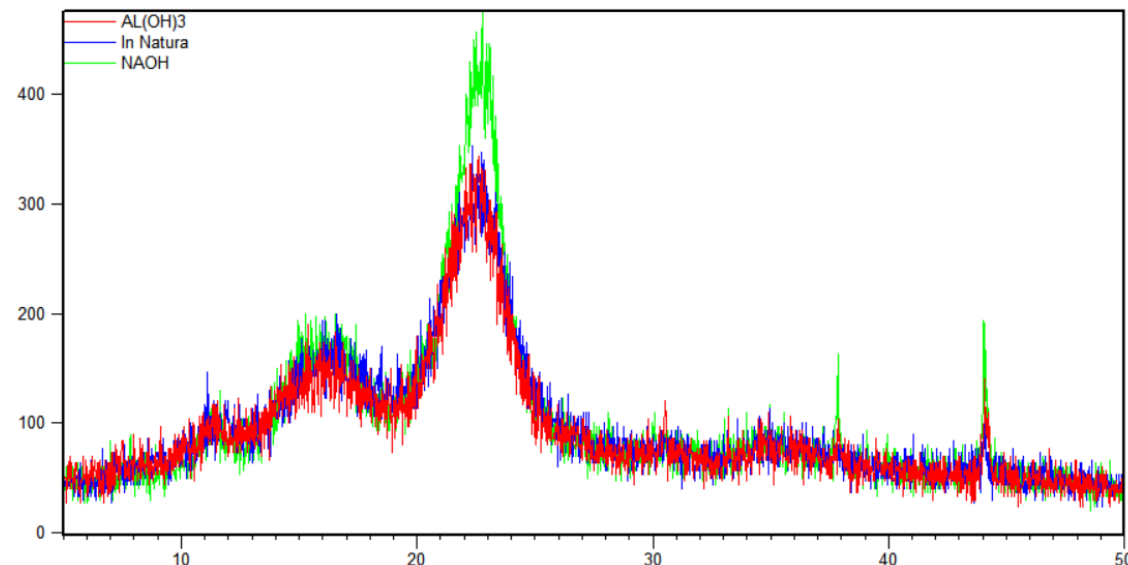
# Resultados e Discursão



## Fibra Sisal - Índice de Cristalinidade DRX

- Técnica utilizada: **Difração de Raios X (DRX)** com método de Segal
- Estrutura preservada: **Celulose tipo I** presente em todas as amostras

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

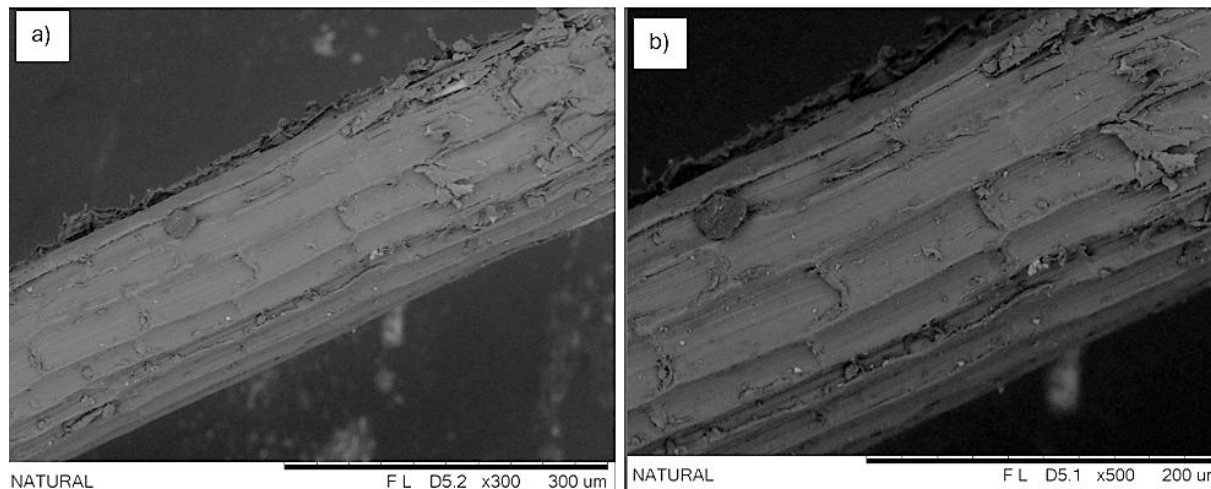


# Resultados e Discussão

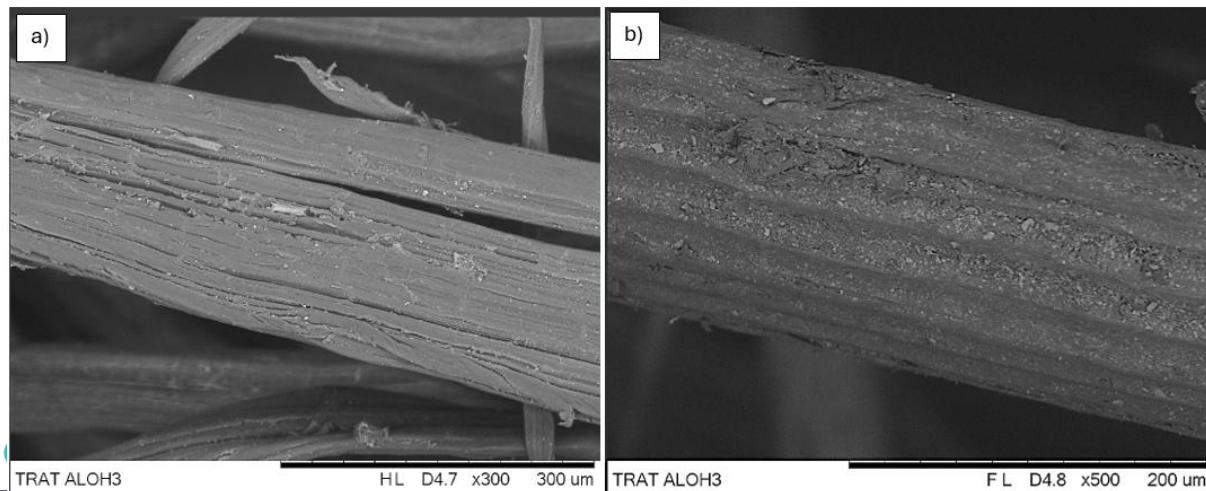


## Fibra de Sisal – Analise Morfológica (MEV)

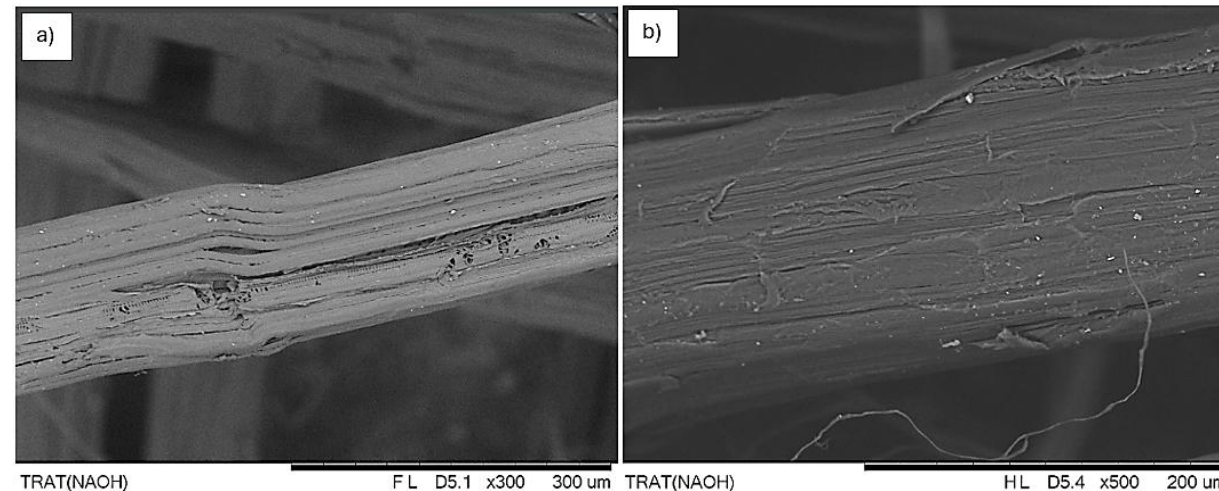
Fibra de Sisal *In Natura*



Fibra de Sisal  $\text{Al}(\text{OH})_3$  – 10%



Fibra de Sisal  $\text{NaOH}$  – 10%



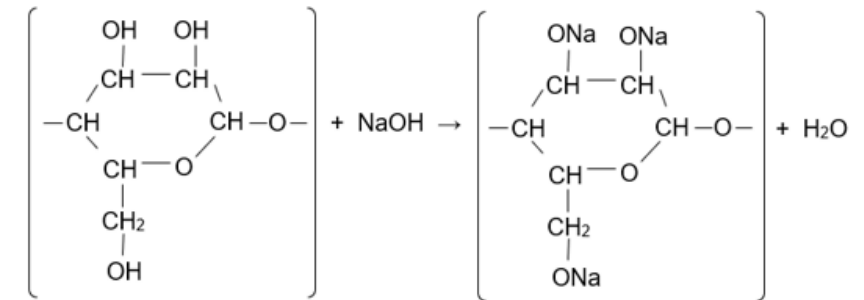
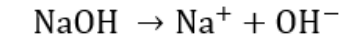
# Resultados e Discussão



## Fibra de Sisal – Percentual umidade

Amostras	Valor Médio (%)
<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



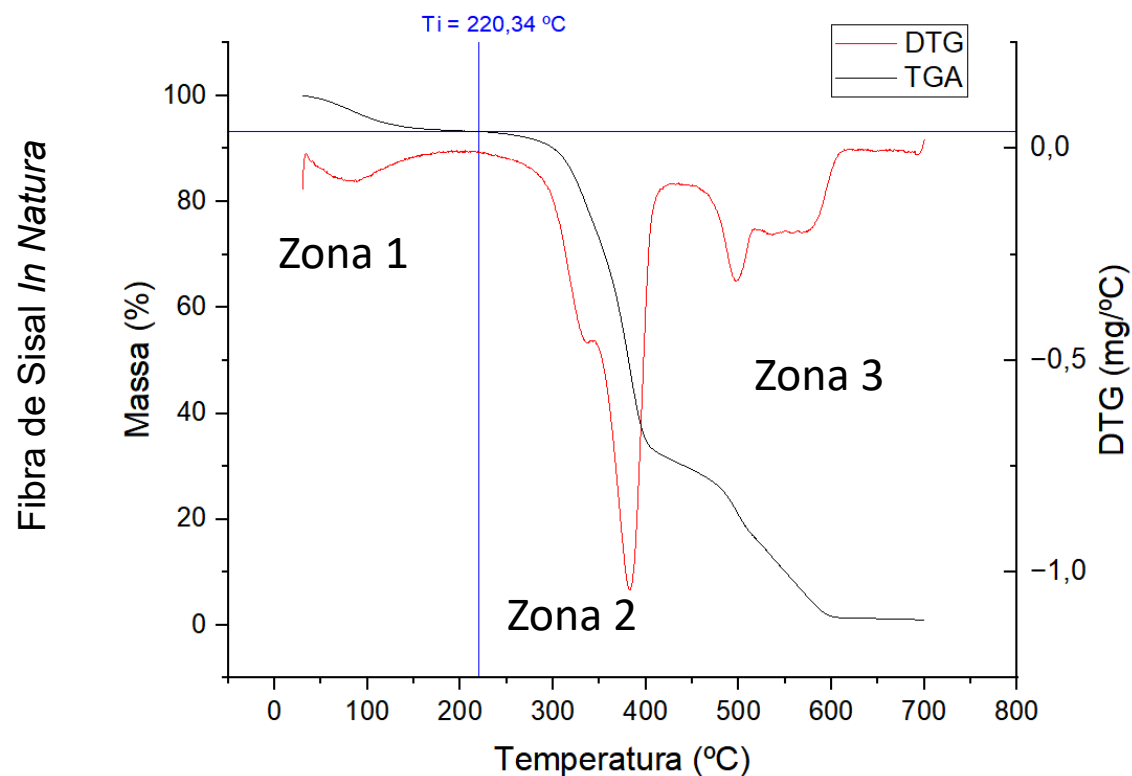
- **In natura:** Variação significativa entre amostras → influência de fatores externos (clima, origem, etc.)
- **NaOH 10%:** Maior estabilidade entre as amostras. Explicação química: dissociação iônica e interação Na<sup>+</sup> com grupos hidroxila da celulose.
- **Al(OH)<sub>3</sub>:** Base praticamente insolúvel → pouca efetividade no tratamento.





## Fibra de Sisal – TGA/DTG

A análise TGA/DTG permitiu avaliar a estabilidade térmica das fibras. As curvas revelaram três zonas distintas de degradação térmica. Os tratamentos químicos aumentaram a temperatura inicial de degradação ( $T_i$ ), indicando maior estabilidade térmica.

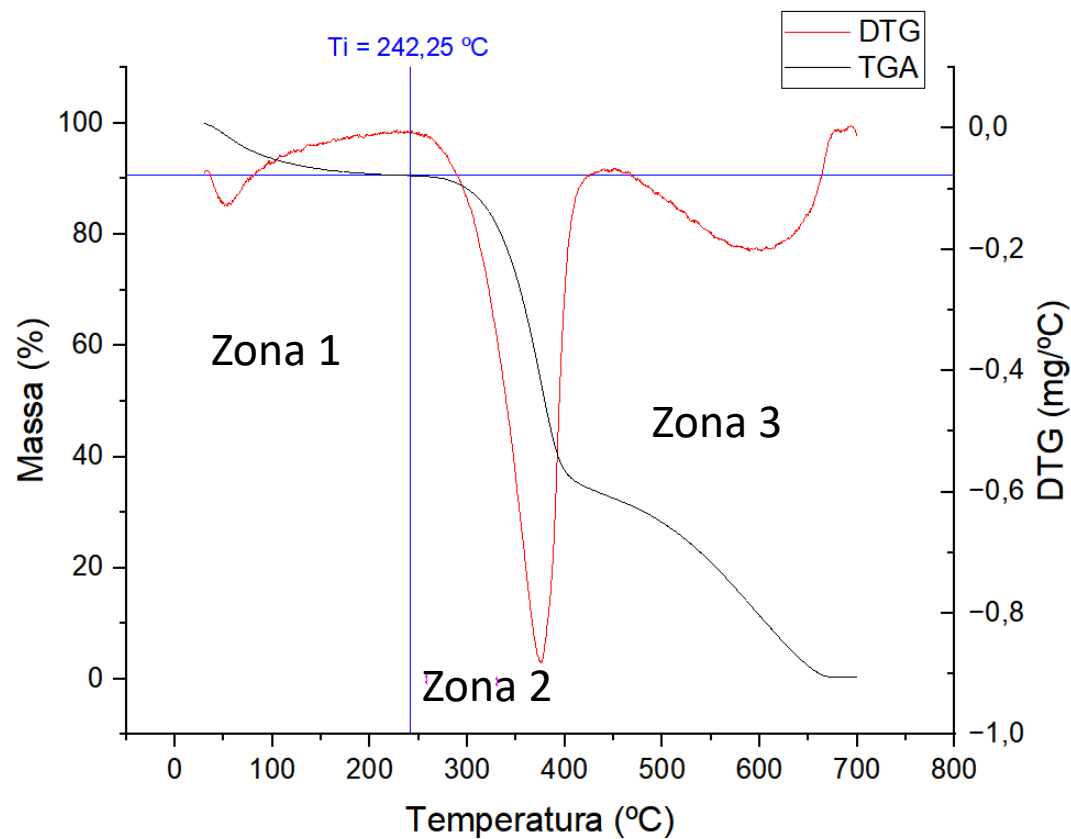


# Resultados e Discursão



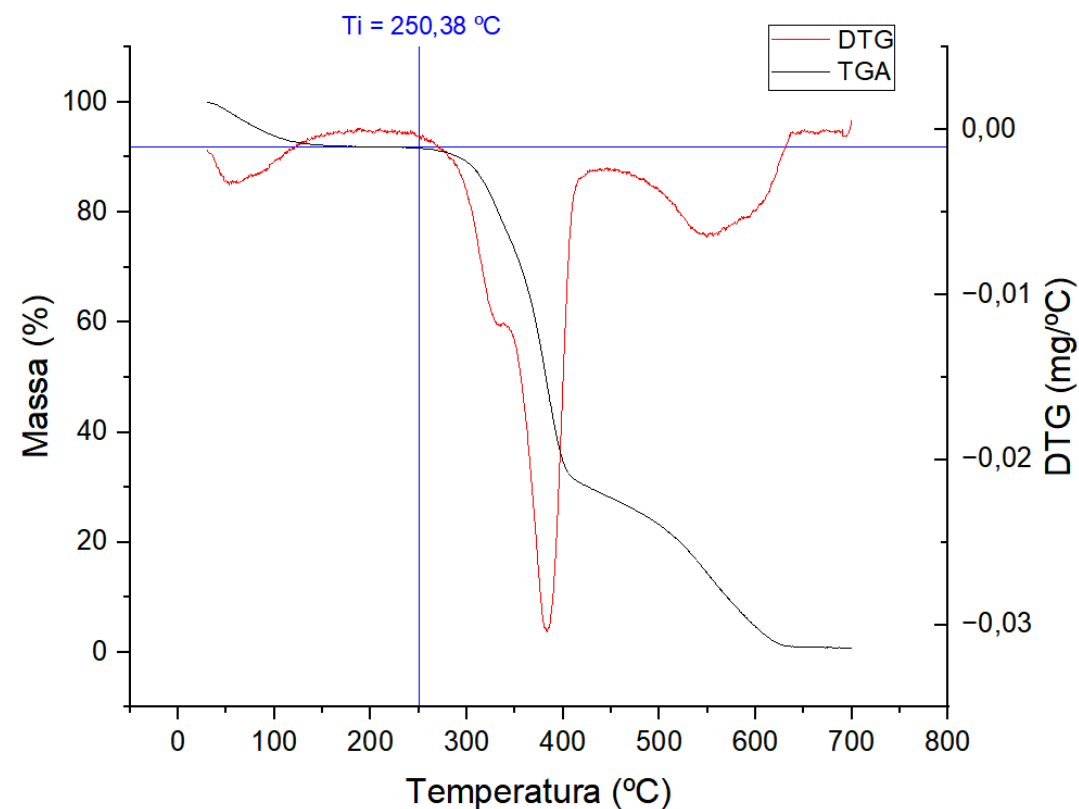
## Fibra de Sisal – TGA/DTG

Fibra de Sisal NaOH – 10%



Fonte: Próprio autor, 2025

Fibra de Sisal Al(OH)<sub>3</sub> – 10%



Fonte: Próprio autor, 2025

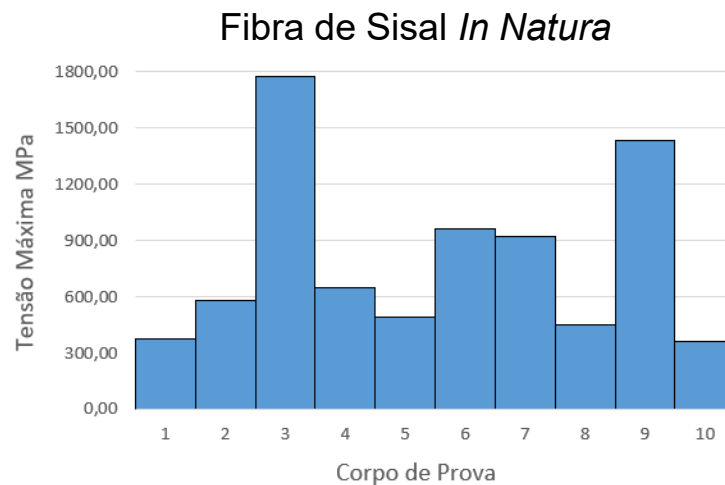




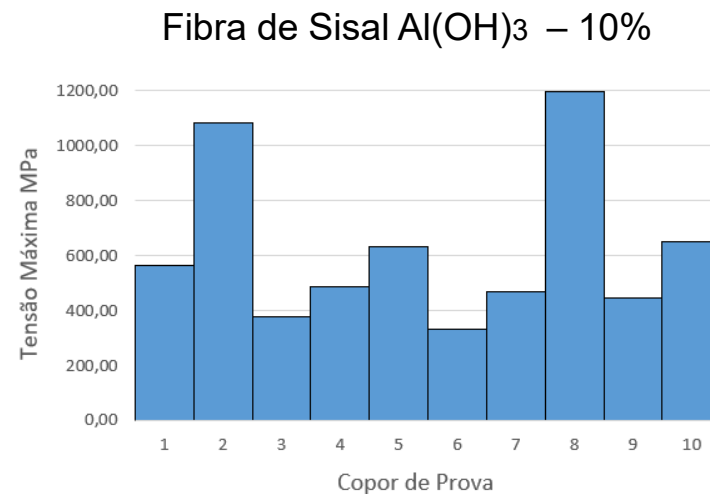
## Fibra de Sisal – Resistência a Tração

Os ensaios de tração demonstraram que os tratamentos influenciaram diretamente o comportamento mecânico das fibras.

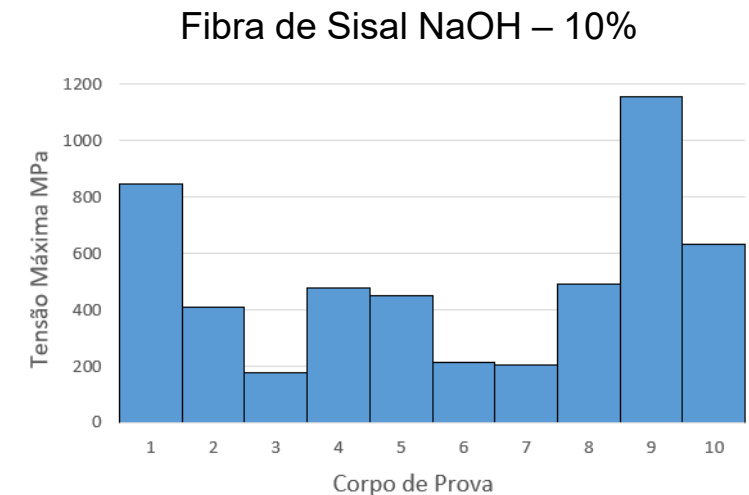
**Variabilidade dos resultados das amostras !**



Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio auto, 2025





## Fibra de Sisal – Resistência a Tração

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

Fonte: Próprio autor, 2025

**In natura:** Alta resistência média, porém com grande dispersão entre os valores.

**NaOH 10%:** Maior rigidez (E = 14,10 GPa) e menor alongamento. Redução da resistência à tração ( $\sigma$  = 434 MPa; -37,1%). Explicada pela remoção intensa da matriz amorfa e aumento da cristalinidade → maior fragilidade.

**Al(OH)<sub>3</sub> 10%:** Resistência e rigidez intermediárias, mas com maior alongamento ( $\epsilon$  = 11,78%). Possível efeito plastificante por resíduos de óxido de alumínio observados nas micrografias.

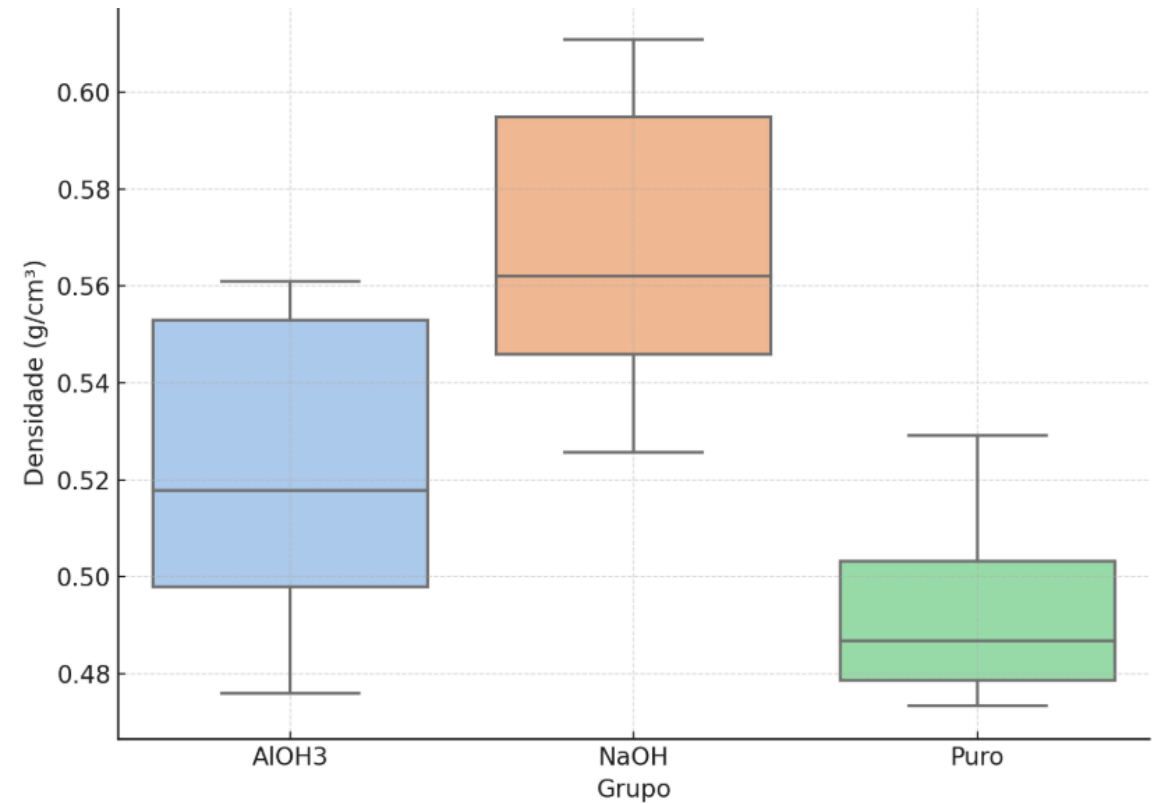




## Material Polimérico e Compósito – Densidade Aparente

- **PU/Sisal NaOH: 0,5675 g/cm<sup>3</sup>**
- PU/Sisal Al(OH)<sub>3</sub>: 0,5216 g/cm<sup>3</sup>
- PU puro: 0,4934 g/cm<sup>3</sup>

Um valor mais alto de densidade aparente sugere menor presença de vazios e melhor integração entre os componentes do compósito, refletindo uma adesão mais eficaz entre a matriz polimérica e as fibras de reforço.



Fonte: Próprio autor, 2025

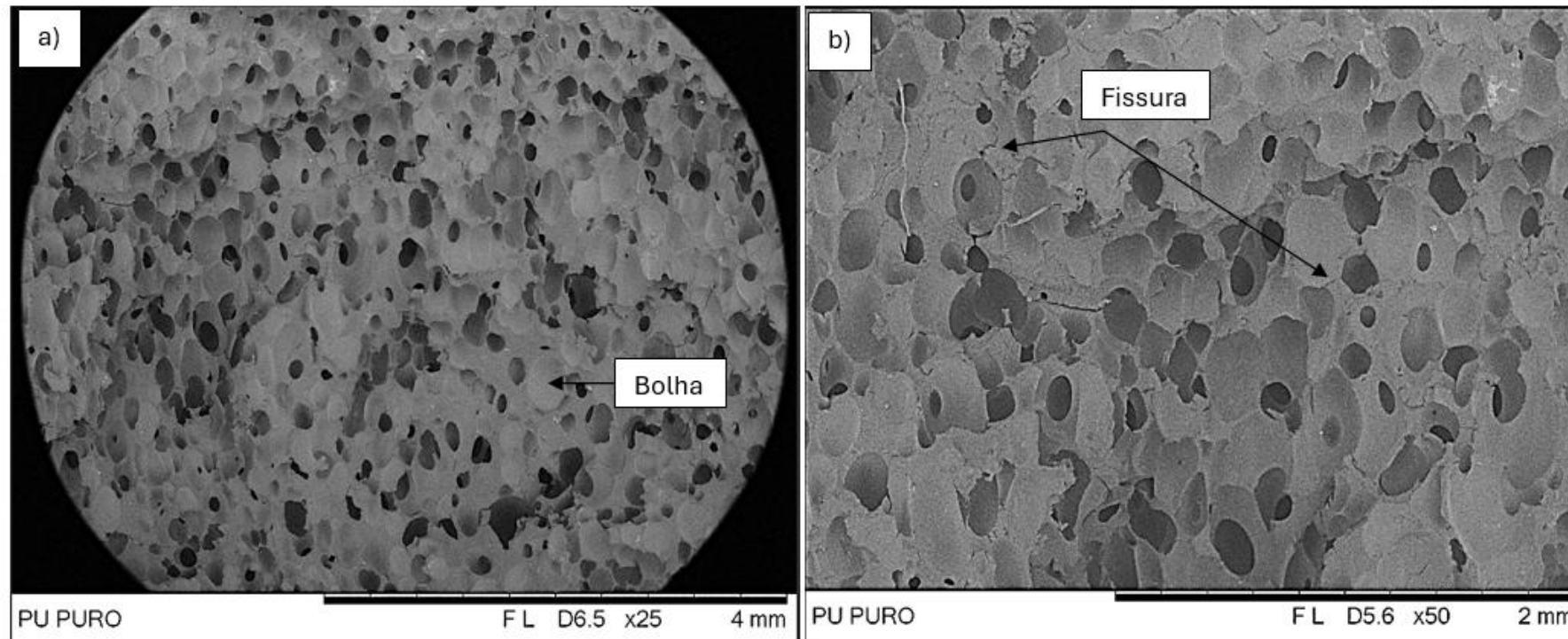




## Material Polimérico – Morfologia da Fratura

As micrografias de fratura obtidas por MEV revelaram diferenças significativas na morfologia do PU puro e dos compósitos reforçados com fibras tratadas.

Material Polimérico PU puro



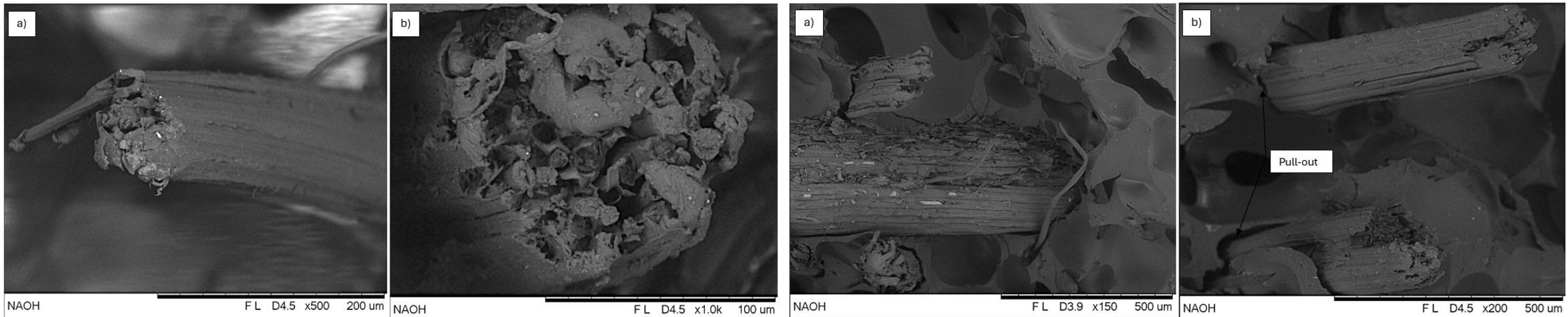
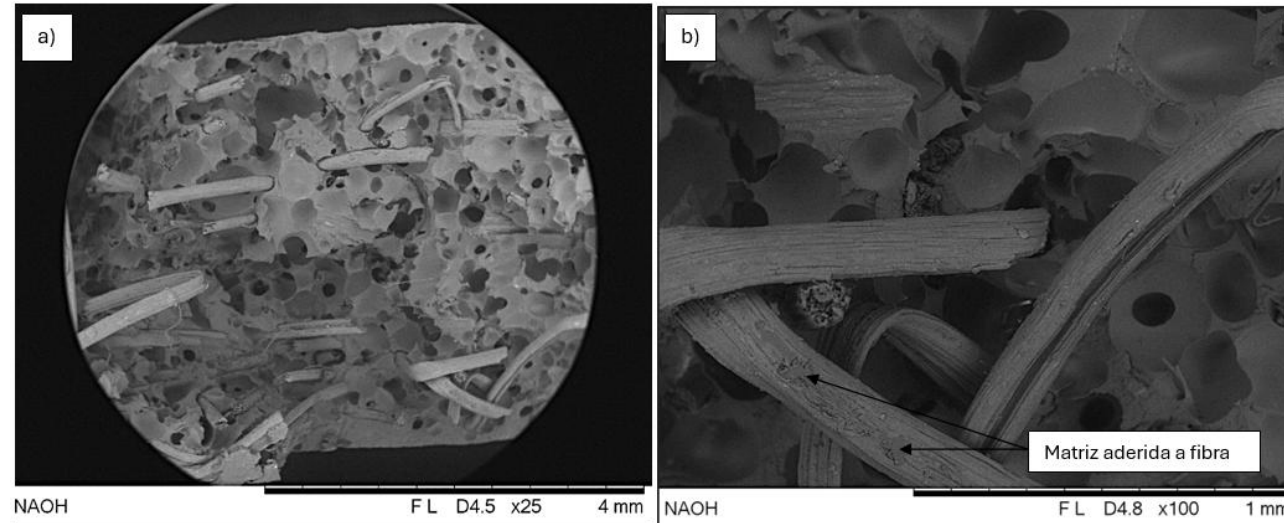
Fonte: Próprio autor, 2025



# Resultados e Discursão



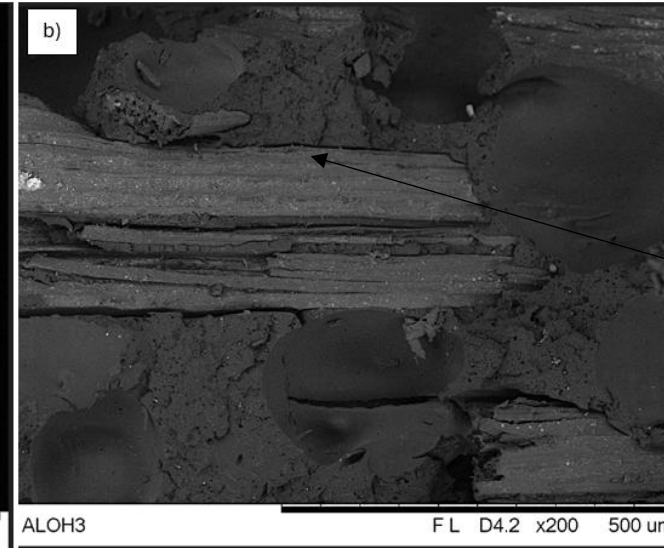
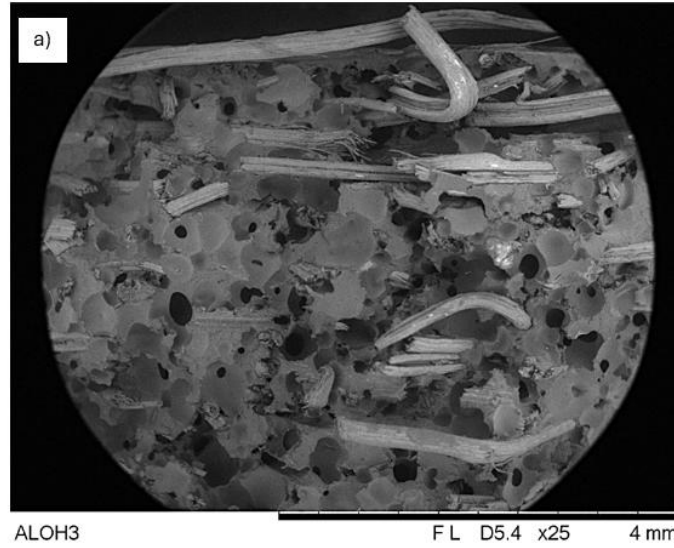
## Material Compósito PU/SISAL NaOH – Morfologia da Fratura



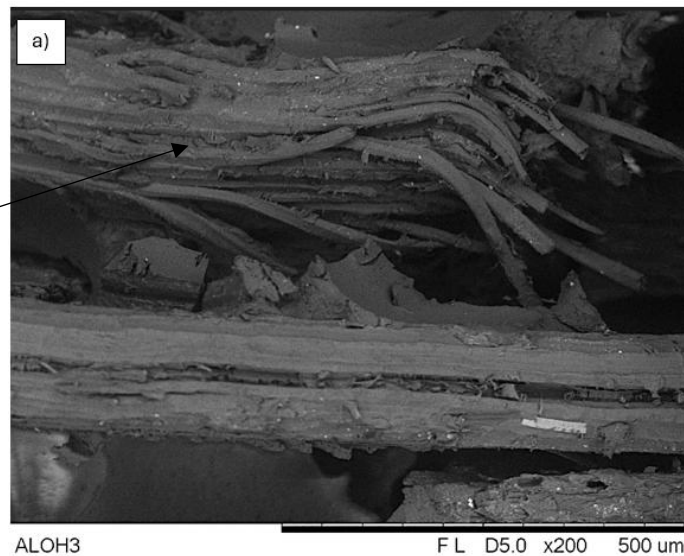
# Resultados e Discursão



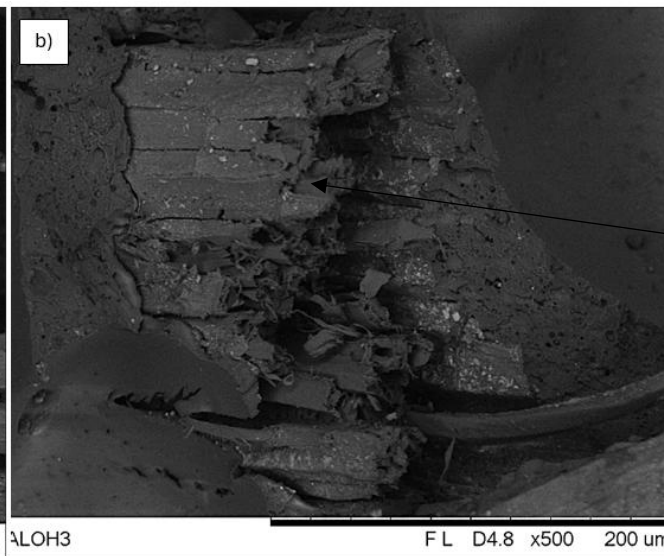
## Material Compósito PU/SISAL $\text{Al}(\text{OH})_3$ – Morfologia da Fratura



Pull-out



Fratura Fibrilar



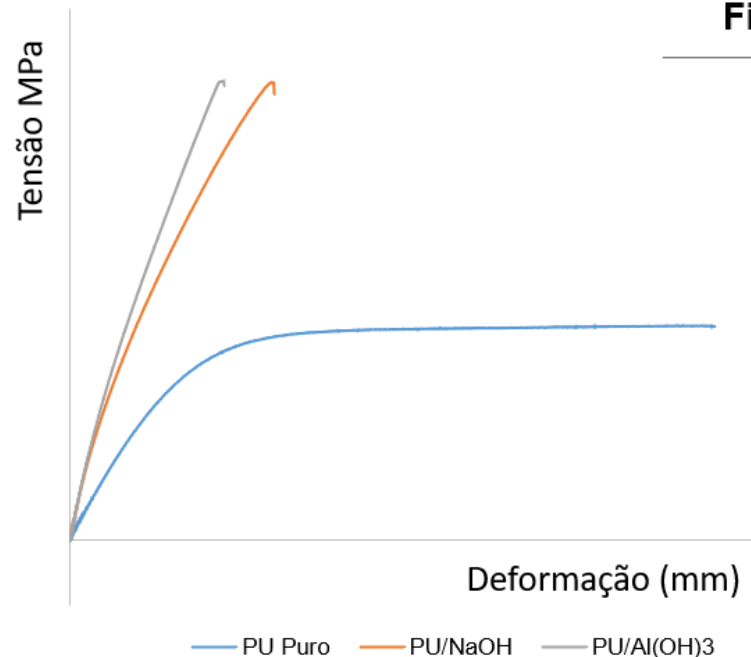
Resíduos  $\text{Al}(\text{OH})_3$



## Material Polimérico e Compósito – Resistência a Tração

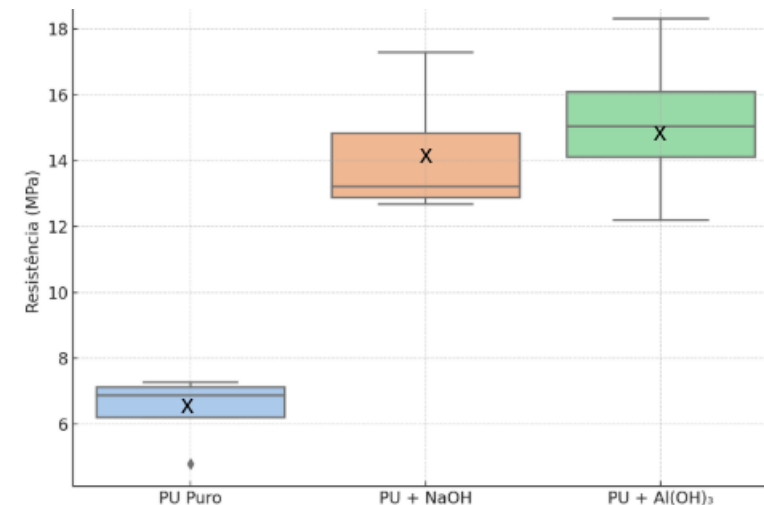
- > Resistência a Tração
- > Modulo Elasticidade
- < Deformação

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



Fonte: Próprio autor, 2025

Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio autor, 2025





## Material Polimérico e Compósito – Ensaio de Flamabilidade

Destaques: Todos atingiram a marcação de 100 mm.

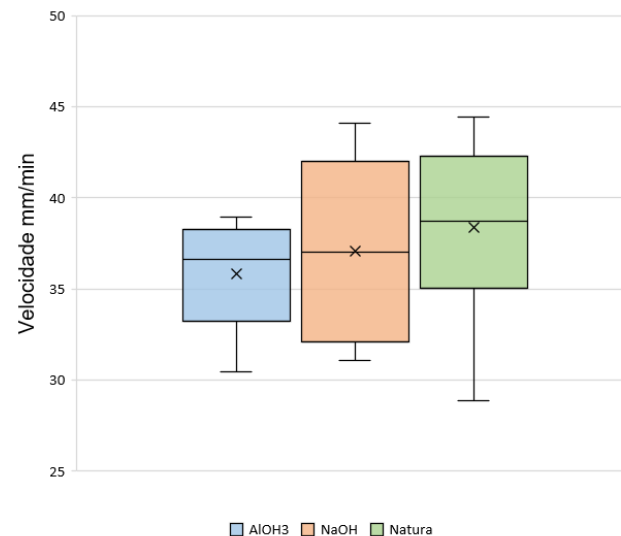
Al(OH)<sub>3</sub> – Curvatura menos acentuada. Classificação **HB ASTM D635**

NaOH – Carbonização contínua, curva acentuada.

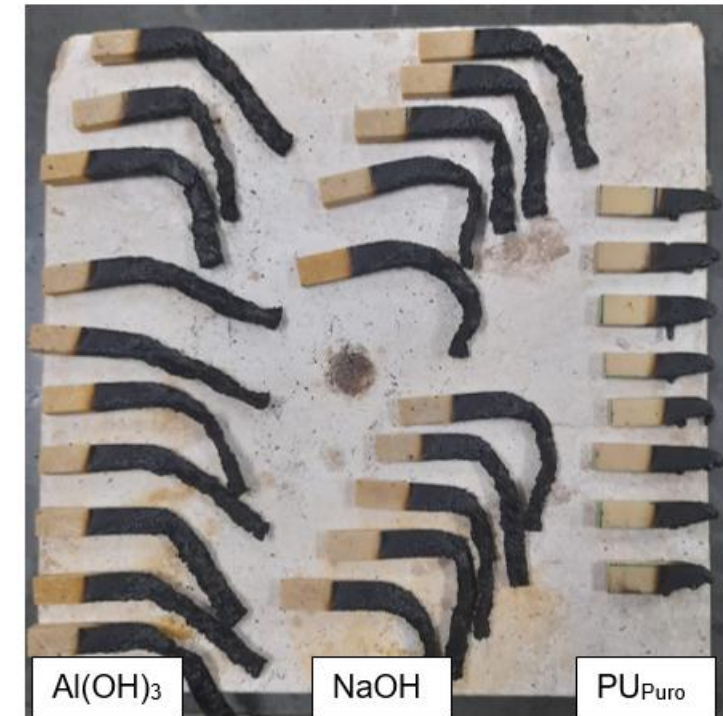
PU puro – Carbonização contínua e perda de material.

Amostra	V <sub>média</sub> (mm/min)
PU Puro	38,35
Compósito PU/Sisal – NaOH	37,05
Compósito PU/Sisal – Al(OH) <sub>3</sub>	35,85

Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio autor, 2025



Fonte: Próprio autor, 2025





## Material Polimérico e Compósito – Dureza Shore D

Aumento da Dureza e correlações:

- Ao maior modulo de elasticidade.
- À menor presença de vazios, especialmente no compósito  $\text{Al}(\text{OH})_3$ .

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

Fonte: Próprio autor, 2025





## Tratamento Químico Fibra de Sisal

✓ **Objetivo Alcançado:** Avaliar se os tratamentos com NaOH e  $\text{Al}(\text{OH})_3$  melhoraram as propriedades da fibra de sisal.

### Resultados principais:

#### NaOH:

- Maior cristalinidade (81,05%) → Estrutura mais ordenada
- Redução da resistência à tração (434 MPa)
- Superfície limpa e mais rugosa → **Boa adesão** com a matriz

#### $\text{Al}(\text{OH})_3$ :

- Melhor equilíbrio entre resistência (494 MPa) e estabilidade térmica
- Presença de resíduos de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  → Potencial **retardante de chama**

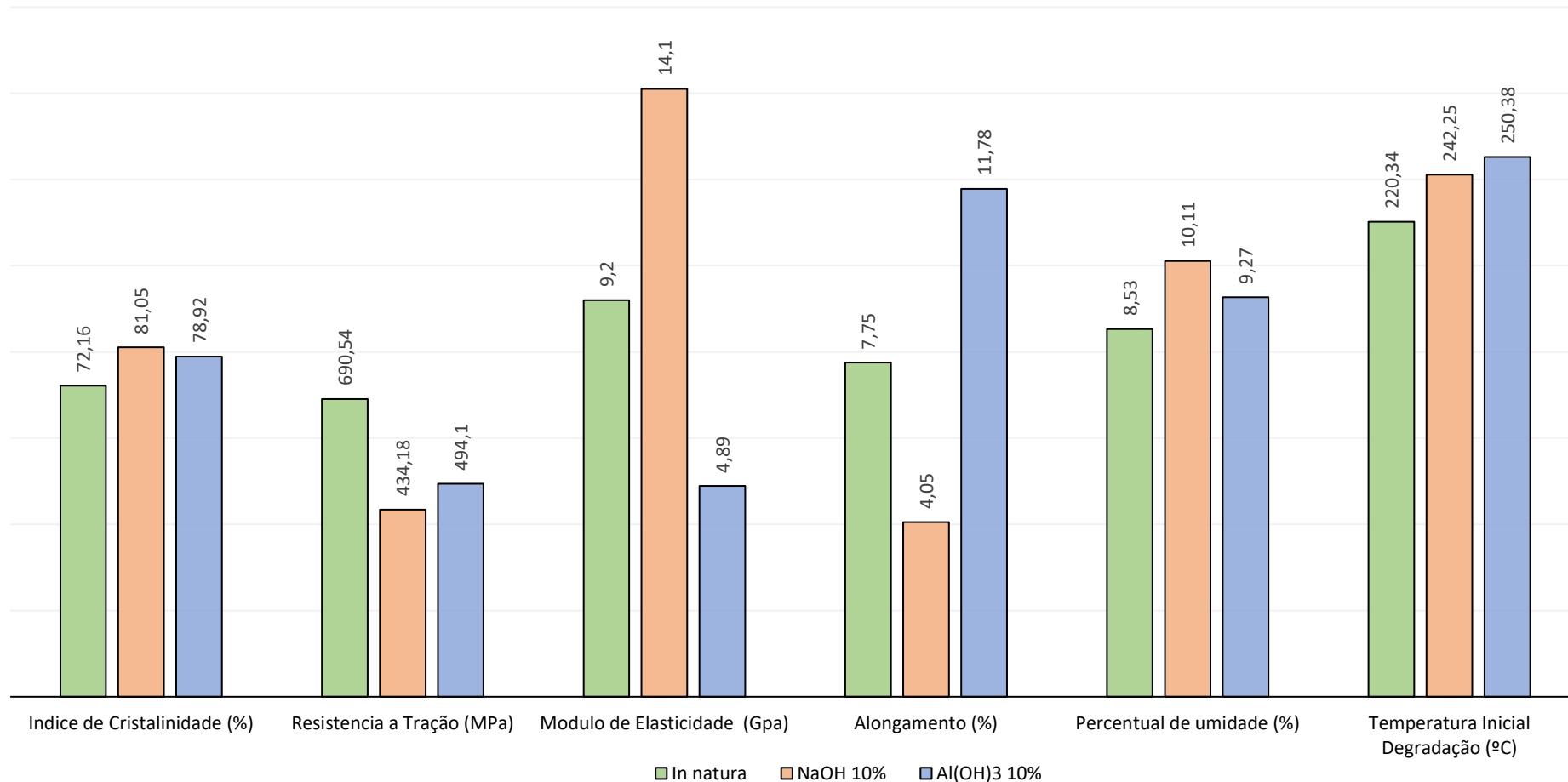
Ambos os tratamentos foram eficazes em modificar a superfície das fibras e favorecer a adesão. O tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  se destacou por combinar estabilidade térmica, desempenho mecânico equilibrado e propriedades antichamas.



# Conclusão



## Tratamento Químico Fibra de Sisal



Fonte: Próprio autor, 2025



# Conclusão



## Performance Compósito

✓ **Objetivo Alcançado:** Compósitos de poliuretano à base de óleo vegetal com fibra de sisal tratada apresentaram melhorias mecânicas, térmicas e ambientais em relação ao PU puro.

**O sistema compósito desenvolvido mostrou-se promissor,** com equilíbrio entre desempenho técnico, estabilidade térmica e sustentabilidade.

Destaque para o compósito  $\text{Al}(\text{OH})_3$ :

Maior resistência à tração.

Proporcionou desempenho antichama.

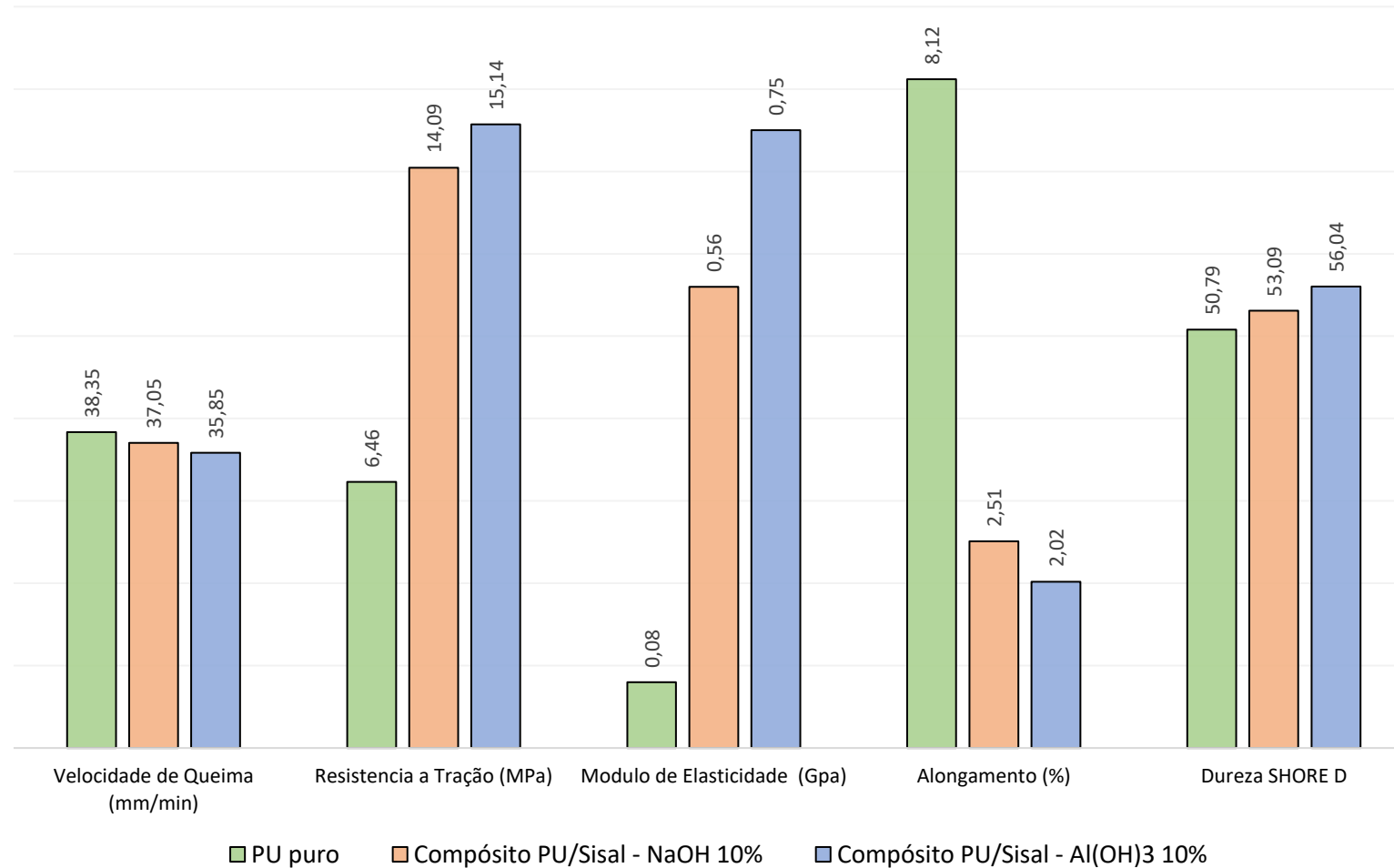
Elevou dureza Shore D.

Apresentou sinais de aderência e delaminação ordenada.



# Conclusão

## Performance Compósito



Fonte: Próprio autor, 2025





# Trabalhos Futuros

A dissertação confirmou a **viabilidade técnica e sustentável** dos compósitos de PU vegetal reforçados com fibras de sisal tratadas. Para aprofundamento da pesquisa, sugerem-se:

✓ **Durabilidade em ambientes agressivos**

Envelhecimento acelerado sob umidade, radiação UV e agentes químicos.

✓ **Variação da fração volumétrica de reforço**

Investigar diferentes teores de fibra (20%, 40%, 50%) e seus efeitos na resistência mecânica e térmica.

✓ **Análise elementar via EDS**

Confirmar a presença residual de alumínio nas fibras tratadas com  $\text{Al}(\text{OH})_3$ .

✓ **Estudo de diferentes concentrações químicas**

Avaliar o impacto direto da variação de NaOH e  $\text{Al}(\text{OH})_3$  na morfologia, cristalinidade, resistência e flamabilidade.



# Agradecimento



Agradeço, em primeiro lugar, à minha orientadora, que mesmo diante de desafios pessoais, sempre demonstrou dedicação, paciência e apoio indispensáveis ao desenvolvimento desta pesquisa.

Expresso minha sincera gratidão a todo o corpo técnico e professores do Mestrado Profissional em Materiais do UniFOA, que contribuíram com conhecimento, incentivo e auxílio fundamental na realização dos ensaios de caracterização.

Agradeço também à empresa **Khel Química**, pelo suporte técnico e pelas informações fornecidas sobre os produtos utilizados, que foram essenciais para o direcionamento correto da metodologia experimental. A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a concretização deste trabalho, o meu muito obrigado.



