



JÉFFERSON BARBOSA CAMPOMORI

**MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL DE FIBRAS DE
JUTA COM DESCARGA CORONA PARA
MELHORA DA ADERÊNCIA COM MATRIZ
POLIÉSTER**

LAVRAS-MG

2016

JÉFFERSON BARBOSA CAMPOMORI

**MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL DE FIBRAS DE JUTA COM
DESCARGA CORONA PARA MELHORA DA ADERÊNCIA COM
MATRIZ POLIÉSTER**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira, área de concentração em Processamento e Utilização da Madeira, para a obtenção do título de Mestre.

Prof. Dr. Gustavo Henrique Denzin Tonoli

Orientador

Prof. Dr. Flávio de Andrade Silva

Coorientador

LAVRAS-MG

2016

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Campomori, Jéfferson Barbosa.

Modificação superficial de fibras de juta com descarga corona
para melhora da aderência com matriz poliéster / Jéfferson Barbosa
Campomori. – Lavras : UFLA, 2016.

58 p. : il.

Dissertação(mestrado acadêmico)–Universidade Federal de
Lavras, 2016.

Orientador: Gustavo Henrique Denzin Tonoli.

Bibliografia.

1. Corona. 2. *Pullout*. 3. Modificação superficial. I. Universidade
Federal de Lavras. II. Título.

JÉFFERSON BARBOSA CAMPOMORI

**MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL DE FIBRAS DE JUTA COM
DESCARGA CORONA PARA MELHORA DA ADERÊNCIA COM
MATRIZ POLIÉSTER**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira, área de concentração em Processamento e Utilização da Madeira, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 18 de abril de 2016.

Profa. Dra. Elisângela Elena Nunes Carvalho UFLA

Prof. Dr. Luiz Roberto Marques Albuquerque UNILAVRAS

Prof. Dr. Gustavo Henrique Denzin Tonoli
Orientador

LAVRAS-MG

2016

*A Deus, por ser essencial em minha vida, Autor do meu destino, Meu guia,
socorro presente nas horas de angústia e aos meus familiares.*

DEDICO

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Lavras (UFLA) e ao Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira (CTM), pela oportunidade concedida para a realização do mestrado.

À Comissão de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior (CAPES), pela concessão da bolsa de estudo.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais (FAPEMIG) pelo financiamento do projeto e a empresa Fibrasil, situada no município de Lavras-MG, pela doação da resina para a realização deste projeto.

Ao professor Gustavo Henrique Denzin Tonoli, pela orientação, seus ensinamentos foram de grande relevância para a realização deste projeto.

Ao professor Flávio de Andrade Silva, por ceder gentilmente equipamentos do seu departamento, para a realização de alguns testes na Universidade Federal do Rio de Janeiro.

À minha mãe Jussara, ao meu pai Fábio, às minhas irmãs Jucilâiny e Joiciely, que sempre acreditaram no meu potencial.

Aos meus amigos, dentre eles a Cleuza e a Bárbara, pelo apoio nos momentos de dificuldade.

RESUMO

Buscando alternativas para a substituição total ou parcial de fibras sintéticas por fibras naturais como reforço em materiais poliméricos, este trabalho foi executado com o objetivo de avaliar o tratamento com descarga corona na aderência de fibras de juta com resina. As fibras foram expostas à descarga corona por 1, 5, 10 e 15 minutos e também após tratamento com água quente, sendo moldados compósitos fibro-reforçados com os filamentos tratados por 10 e 15 minutos e sem o tratamento. As estruturas químicas foram avaliadas por espectroscopia na região do infravermelho por transformada de fourier com reflexão total atenuada (FTIR/ATR), sendo observada a formação de nova banda e aumento na absorção de grupamentos com oxigênio. As análises térmicas como a termogravimetria (TG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC) revelaram a degradação da celulose, hemicelulose e lignina. A caracterização microestrutural por microscopia eletrônica de varredura (MEV) evidenciou modificações na superfície da fibra como rugosidade, depressões na superfície, degradação da superfície e a formação de cavidade. A adesão das fibras foi avaliada pelo teste de *pullout*, sendo possível observar aumento na força adesional após o tratamento com a descarga corona. Foi possível concluir que o tratamento com descarga corona modificou a superfície das fibras de juta, resultando em melhor aderência com a resina.

Palavras-chave: Corona. *Pullout*. Modificação superficial.

ABSTRACT

Seeking alternatives for the total or partial substitution of synthetic fibers for natural fibers, with reinforcement in polymeric materials, this work was conducted with the objective of evaluating the treatment with corona discharge on the adherence of juta fibers with resin. The fibers were exposed to corona discharge for 1, 5, 10 and 15 minutes, as well as after treatment with hot water, molding composites fiber-reinforced with filaments treated for 10 and 15 minutes, and without the treatment. The chemical structures were evaluated by spectrometry in the region of Fourier transform infrared with attenuated total reflection (FTIR/ATR), observing the formation of a new band and the increase in the absorption of groupings with oxygen. The thermal analyses, such as thermogravimetry (TG) and differential scanning calorimetry (DSC) revealed the degradation of cellulose, hemicellulose and lignin. The microstructural characterization by scanning electron microscopy (SEM) showed changes in the surface of the fiber, such as roughness, superficial depressions, surface degradation and cavity formation. The adhesion of the fibers was evaluated by the *pullout* test, allowing us to verify the increase in adhesion strength after treatment with corona discharge. In conclusion, the treatment with corona discharge changes the surface of the juta fibers, resulting in better adherence with the resin.

Keywords: Corona. *Pullout*. Superficial change.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Esquema do ensaio de <i>pullout</i>	21
Figura 2 -	Teste de <i>pullout</i> para fibra de juta sem tratamento.....	21
Figura 3 -	Curva típica de força <i>versus</i> deslizamento para fibra de sisal no comprimento de embeбimento 20 mm.	22
Figura 4 -	Aplicação da descarga corona em um feixe de juta sem tratamento.....	28
Figura 5 -	Espectros de FTIR/ATR (a) tratamento com descarga corona; (b) água quente e descarga corona.	31
Figura 6 -	Perda de massa em percentagem das fibras de juta em função da temperatura (a) descarga corona; (b) água quente e descarga corona.	33
Figura 7 -	Curvas de calorimetria exploratória diferencial (a) tratamento com descarga corona; (b) água e descarga corona.	35
Figura 8 -	Micrografias da superfície de juta (a) sem tratamento com ampliação de 218x; (b) descarga corona 1 min com ampliação de 390x; (c) descarga corona 5 min com ampliação de 344x; (d) descarga corona 10 min com ampliação de 344x; (e) descarga corona 15 min com ampliação de 406x.....	36
Figura 9 -	Micrografias da superfície de juta (a) água quente com ampliação de 291x; (b) água quente e descarga corona 1 min com ampliação de 257x; (c) água quente e descarga corona 5 min com ampliação de 330x; (d) água quente e descarga corona 10 min com ampliação de 223x; (e) água quente e descarga corona 15 min com ampliação de 194x.....	37
Figura 10 -	Ativação da superfície das fibras de celulose pela descarga corona.....	39

Figura 11 - Curvas típicas força <i>versus</i> deslizamento para o filamento comprimento (a) 5 mm; (b) 10 mm; (c) 20 mm; (d) 30 mm.	40
Figura 12 - Curvas típicas força <i>versus</i> deslizamento para o filamento comprimento de embebimento (a) 5 mm; (b) 10 mm; (c) 20 mm; (d) 30 mm.....	43

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Valores médios e desvio padrão do ensaio de <i>pullout</i> de fibras de juta sem tratamento e submetidas à descarga corona por 10 min e 15 min.....	42
Tabela 2 - Valores médios e desvio padrão do ensaio de <i>pullout</i> de fibras de juta lavadas com água quente e submetidas à descarga corona por 10 min e 15 min.....	44

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	OBJETIVOS	15
2.1	Objetivos específicos.....	15
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
3.1	Fibras naturais.....	17
3.2	Compósitos	18
3.2.1	Matrizes poliméricas	18
3.3	Compósitos reforçados com fibras	19
3.3.1	Interface fibra/matriz.....	20
3.3.2	Testes para avaliação da aderência.....	20
3.4	Modificação de fibras vegetais.....	23
3.4.1	Tratamentos químicos.....	23
3.4.2	Tratamentos físicos.....	23
4	MATERIAIS E MÉTODOS	27
4.1	Matéria-prima.....	27
4.2	Tratamentos nas fibras	27
4.2.1	Lavagem com água quente.....	27
4.2.2	Tratamento com descarga corona.....	27
4.2.3	Confecção dos corpos de prova para teste de <i>pullout</i>	28
4.3	Caracterização	28
4.3.1	Espectroscopia na região do infravermelho por transformada de fourier com reflexão total atenuada (FTIR/ATR)	29
4.3.2	Análise termogravimétrica (TG).....	29
4.3.3	Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	29
4.3.4	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	30
4.3.5	Ensaio de <i>pullout</i>	30
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	31
5.1	Espectroscopia na região do infravermelho por transformada de fourier com reflexão total atenuada (FTIR/ATR)	31
5.2	Análise termogravimétrica (TG).....	33
5.3	Calorimetria exploratória diferencial (DSC).....	34
5.4	Análise microestrutural	36
5.5	Ensaio de <i>pullout</i>	39
6	CONCLUSÃO	47
	REFERÊNCIAS	49

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, pesquisadores têm avançado no desenvolvimento e produção de biocompósitos, utilizando recursos naturais como fibras de juta, levando em consideração o impacto ambiental causado pelos derivados do petróleo. Esses materiais estão sendo aplicados em painéis, encostos para bancos e na fabricação de peças automotivas. Tradicionalmente, a utilização de fibras oriundas do petróleo para reforçar compósitos ainda são usadas em ampla escala, pela demanda de excelentes propriedades mecânicas e durabilidade que esses materiais oferecem. Apesar dos oriundos do petróleo apresentarem características que vão de encontro às necessidades atuais, possuem desvantagens como abrasividade, dificuldades para seu processamento, riscos à saúde, além de serem obtidas de fontes não renováveis (RAGOUBI et al. 2010).

Na busca de alternativas para a confecção de materiais ecoeficientes, as fibras de juta apresentam grande potencial como reforço em matrizes poliméricas, em razão de sua ampla disponibilidade, baixo custo e leveza. A juta (*Corchorus capsularis L.*) é uma fibra longa, macia e brilhante, com grande escala de produção na região da Amazônia, possuindo boas propriedades mecânicas, além de ser utilizada para a fabricação de diversos produtos manufaturados. Um grande problema recorrente na utilização de fibras vegetais como reforço, é a baixa afinidade com o polímero, em razão do caráter hidrofílico, apresentado pelas fibras lignocelulósicas e pela hidrofobicidade intrínseca dos polímeros, resultando, assim, em uma interação fibra/matriz fraca, originando produtos com propriedades mecânicas inferiores às dos polímeros puros (BERTHETA et al., 2016).

Para obter-se um material compósito uniforme e com boas propriedades mecânicas, é necessário aumentar a interação entre a fibra e o polímero. Nesse intuito, os tratamentos químicos e físicos conduzem alterações nas propriedades estruturais e superficiais das fibras, enquanto sua composição química não é

alterada. Pode-se destacar o tratamento físico com descarga corona, como uma alternativa para a melhora da aderência da fibra na matriz. Esse tratamento consiste na exposição das fibras em descarga elétrica, cujo meio reacional é o ar atmosférico, gerando, assim, espécies ionizadas que atacam a superfície do material promovendo a oxidação dos grupamentos e aumentando, assim, a aderência interfacial.

2 OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é avaliar o efeito do tratamento com descarga corona em fibras de juta sem tratamento e lavadas com água quente, no desempenho da ligação com a matriz em compósitos fibro-reforçados.

2.1 Os objetivos específicos são

- a) Avaliar o efeito da descarga corona e da lavagem com água quente nas características químicas e térmicas das fibras;
- b) Avaliar a efetividade das modificações na superfície das fibras;
- c) Avaliar o compósito com a técnica de *pullout* em diferentes condições com a matriz;
- d) Avaliar as forças de adesão envolvidas no processo.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Fibras naturais

Com a conscientização ambiental em relação a problemas com o descarte de resíduos e derivados do petróleo, houve maior demanda na exploração de recursos naturais agregados a uma economia mais sustentável. Por essa razão, estão sendo desenvolvidos alguns conceitos em relação à sustentabilidade ambiental, buscando novos materiais, que oferecem menor impacto ambiental, como alternativa de matéria-prima, sendo que o uso de fibras vegetais representa a valorização desse recurso (TOTARO et al., 2014).

Atualmente, fibras vegetais são utilizadas como substituto (parcial ou total) as fibras sintéticas, tais como fibras de vidro, carbono ou metálicas, como reforço e com aplicações na indústria automobilística, construção civil e indústria de móveis, em razão de suas propriedades mecânicas e resistência térmica (SISTI et al., 2016). Essas fibras são classificadas de acordo com sua origem na estrutura da planta, encontrando-as nas folhas (sisal, curauá), frutos (paina), caule (linho, cânhamo, juta) e sementes (SANTOS, 2010; LEÃO 2012). Pode-se destacar a fibra de juta, que possui alto potencial para a aplicação em compósitos com diferentes tipos de matriz (NETO et al., 2007). Essas fibras são produzidas a partir de plantas do gênero *Corchorus*, sendo uma das fibras mais baratas e com maior volume de produção concentrada na Amazônia (FARUK et al., 2012).

As fibras de juta possuem maior resistência em comparação com a fibra de coco, sendo uma alternativa em substituição às fibras convencionais como reforço em biocompósitos. A fibra é constituída por celulose (45-71,5%), hemicelulose (13,6-21%), lignina (12-26%) e extrativos (3-10%). As unidades elementares das macromoléculas de celulose contêm três grupos hidroxilas (OH), que formam as ligações de hidrogênio no interior da molécula, conferindo

também uma natureza hidrofílica, chegando a obter um teor de umidade de 3-17% (HOSSEN et al., 2015).

3.2 Compósitos

As tecnologias modernas estão exigindo novos materiais com propriedades incomuns, que não são obtidas pelas ligas metálicas, cerâmicas ou polímeros convencionais (CALLISTER, 2002).

Materiais compósitos são formados por uma fase contínua, chamada matriz, podendo ser cerâmica, polimérica ou metálica. Ela abrange e envolve uma fase descontínua, o reforço. Sua função é manter o reforço na posição que ele foi inserido, além de distribuir as forças de cisalhamento. O reforço é composto de um material resistente, conferindo melhora nas propriedades mecânicas (LEÃO, 2008; MOTA, 2010).

Para obter-se um material com boas características, é necessário fazer uma boa escolha da matriz e do reforço. O reforço deve possuir características como baixa absorção de água e compatibilidade com a matriz (MANO, 1991; JOSEPH; MEDEIROS; CARVALHO, 1999).

3.2.1 Matrizes poliméricas

A matriz desempenha um papel importante, dispersando o reforço e transferindo uniformemente as forças aplicadas, evitando, assim, que o material se deforme, além de ser responsável pelo aspecto externo e conferindo proteção ao reforço contra ataques físicos e químicos (CAVALCANTI, 2006).

As matrizes podem ser termoplásticas ou termofixas. As termoplásticas amolecem durante o aquecimento, endurecendo logo após o seu resfriamento (WOLLERDORFER; BADER, 1998), possuem características como baixa densidade, alta resistência a agentes químicos, tenacidade, rigidez e baixo custo (ELMAJDOUBI; VU-KHANH, 2003).

Os polímeros termofixos, quando submetidos ao calor, tornam-se permanentemente duros (HULL; CLYNE, 1996). As resinas poliéster são polímeros termofixos, resultando da reação química de condensação de ácidos carboxílicos com glicóis (RODRIGUEZ, 1996). Elas podem ser classificadas em: ortoftálica, isoftálica e tereftálica, possuindo alta resistência química em temperaturas elevadas, elevada resistência mecânica e tempo de cura acelerado (ABCOL, 2012; POLIRESINAS, 2012).

A utilização de um polímero é de grande interesse para o desenvolvimento de novos materiais, em razão de: baixo custo, cura rápida em temperatura ambiente, facilidade na moldagem e equilíbrio nas suas propriedades mecânicas (YANG; LEE, 2000; ALSINA et al. 2005; REN; LI, 2013).

3.3 Compósitos reforçados com fibras

Há uma tendência crescente na utilização de fibras lignocelulósicas como reforço em compósitos, sua flexibilidade durante o processamento, rigidez e baixo custo tornam-nas atraentes para o uso em diversos produtos. A demanda para o uso de plásticos reforçados com fibras cresceu 80%, principalmente a busca pelos termoplásticos (FARUK et al., 2012).

Fibras vegetais como juta, sisal, rami, malva, banana, cânhamo e abacaxi estão sendo utilizadas como reforço em polímeros para complementar suas propriedades mecânicas. A incorporação dessas fibras como agente de reforço em matrizes termofixas e termoplásticas, está ganhando cada vez mais aplicações (SABA et al., 2016).

O uso de fibras apresenta boa eficiência na relação resistência/peso, como consequência, compósitos reforçados com fibras estão recebendo mais atenção, sendo usadas resinas termoplásticas como polipropileno (PP),

polietileno de alta densidade (PEAD) e policloreto de vinila (PVC), com amplo potencial de aplicações em diversos materiais (KASLIWAL et al., 2005).

As principais desvantagens no uso de fibras naturais são a compatibilidade fibra/matriz e sua elevada absorção de umidade. Sendo, portanto, necessárias modificações nas suas propriedades de superfície para melhora na adesão (FARUK, 2012).

3.3.1 Interface fibra/matriz

As propriedades mecânicas dos compósitos dependem da adesão interfacial. Em decorrência de serem as fibras ricas em celulose, hemicelulose e lignina, tende a ser mais hidrofílicos, enquanto os polímeros possuem hidrofobicidade significativa (SHALWAN; YOUSIF, 2013).

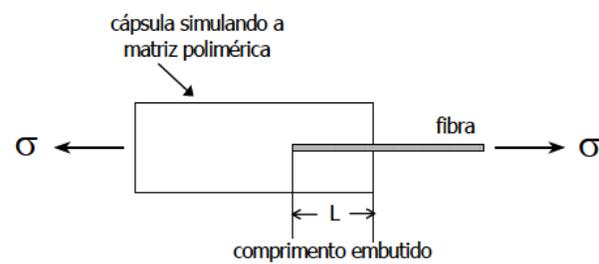
As propriedades mecânicas do material dependem da sua adesão interfacial. Os mecanismos para a melhoria da adesão interfacial incluem: adsorção e molhamento da fibra pelo polímero (RABELLO, 2000); utilização de agentes de acoplamento para ligar quimicamente a matriz com o reforço (HULL; CLYNE, 1996; RABELLO, 2000); ligação entre duas superfícies pela difusão de suas moléculas (PIRES et al., 2012); atração eletrostática entre os materiais, em decorrência de suas cargas (HULL; CLYNE, 1996) e adesão mecânica, quando o polímero preenche todas as irregularidades do reforço (RABELLO, 2000; PIRES et al., 2012).

3.3.2 Testes para avaliação da aderência

A aderência da fibra na matriz desempenha uma importante função na construção de compósitos fibro-reforçados, sendo que uma boa compatibilidade interfacial resulta no aumento da força de arrancamento, ao se realizar o teste de *pullout*. As tensões aplicadas no material são transferidas da matriz para as fibras (reforço), fazendo com que a fibra não escorregue da matriz (BLEDZKI; GASSAN, 1999; TOLEDO; GHAVAMI; SCRIVENER, 2003).

No ensaio de *pullout*, um filamento é embutido até um comprimento L em uma cápsula que simula a matriz (Figura 1). Essa cápsula é submetida ao teste, onde a fibra é puxada pela garra da máquina, como mostra a Figura 2 (MONTEIRO; D'ALMEIDA, 2006).

Figura 1 - Esquema do ensaio de *pullout*.



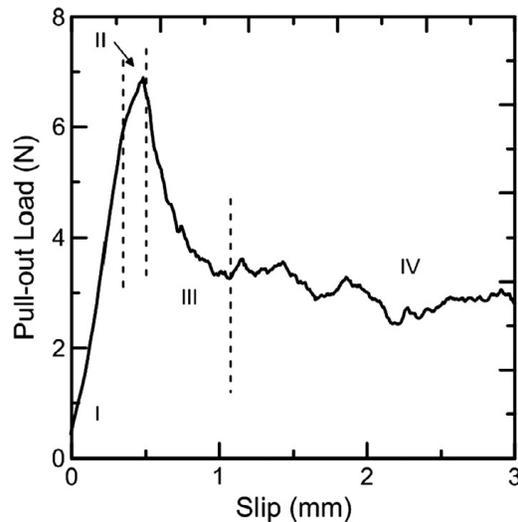
Fonte: Monteiro; D'Almeida, 2006.

Figura 2 - Teste de *pullout* para fibra de juta sem tratamento.



O teste de *pullout* resulta em um gráfico com valores de força de arrancamento pelo seu deslizamento. Na Figura 3, é mostrada uma curva típica de *pullout* para fibra de sisal.

Figura 3 - Curva típica de força *versus* deslizamento para fibra de sisal no comprimento de embebedimento 20 mm.



Fonte: Barros; Silva; Filho, 2016.

A Figura 3 é dividida em quatro regiões: I- corresponde ao comportamento elástico linear, II- define o ponto inicial de descolagem da fibra, III- inicia-se com a carga máxima e diminui conforme o deslizamento, o IV é governado pela força de fricção (BARROS; SILVA; FILHO, 2016).

Barra et al. (2015) avaliaram o potencial do tratamento com plasma de metano em fibras de sisal e sua aplicação em matriz de cimento. Os resultados confirmaram a eficácia do tratamento, em testes de *pullout* as fibras tratadas apresentaram maior tensão de cisalhamento (150 MPa) que as sem tratamento (70 MPa).

3.4 Modificação de fibras vegetais

Utilizar fibras vegetais que possuem caráter hidrofílico para reforçar uma matriz polimérica, pode resultar em uma adesão fraca. Por isso, torna-se interessante o tratamento das fibras para obter-se maior compatibilidade. Dentre os tratamentos utilizados, pode-se destacar o tratamento químico (mercerização) e os tratamentos físicos, como o plasma e a descarga corona.

3.4.1 Tratamentos químicos

Os tratamentos químicos atuam sobre as fibras vegetais, removendo materiais celulósicos, proporcionando um revestimento na superfície e reduzindo seu caráter hidrofílico (ROSA et al., 2010). O tratamento mais usado é a mercerização (tratamento alcalino), que remove parcialmente lignina, ceras e óleos que cobrem a superfície da parede celular das fibras, aumentando, assim o desempenho à tração e a resistência térmica (YILMAZ, 2015).

Wang et al. (2014) trataram fibras de cânhamo, por meio da acetilação e alcalinização. Após o tratamento, houve remoção de impurezas e lignina, levando a um aumento das propriedades mecânicas das fibras.

Bufalino et al. (2015) modificaram resíduos de *Cordia goeldiana* com NaOH a 5% (2 e 0,5 horas). O tratamento resultou em remoção de alguns extrativos, hemicelulose e notável remoção de lignina, melhorando, assim, algumas propriedades das fibras.

3.4.2 Tratamentos físicos

Além dos tratamentos químicos, têm-se os tratamentos físicos como o plasma e a descarga corona. Ambos possuem o princípio da ionização das moléculas presentes no gás e o ataque das mesmas no material, promovendo a oxidação.

O plasma tem como função a modificação superficial do material, sendo que esta está relacionada com o tipo de gás utilizado como meio reacional.

Radicais livres e grupos envolvidos no processo podem ser gerados e, com isso, a energia superficial do material pode ser alterada (FARUK et al., 2012). Eles são classificados como plasma frio, com temperatura até mil graus e plasma térmico, com temperatura de mil graus até 50 mil graus (CLAIRE et al., 2006; FRIDMAN, 2008). O plasma frio é um gás constituído por agrupamentos excitados, onde os elétrons possuem maior energia que as demais moléculas (ISTADI, 2006). Ele é gerado ao se aplicar uma alta tensão em um meio gasoso, induzindo, assim, o rompimento de ligações, ionização e excitação das espécies (LARKIN, 2001; KOGELSCHATZ, 2003).

Sinha e Panigrahi (2009) utilizaram o plasma frio de argônio para a modificação superficial de fibras de juta. Eles observaram que, com o aumento no tempo de tratamento, a rugosidade das fibras era mais visível, notando-se também a formação de cavidades pela degradação da mesma.

Gibeop et al. (2013) trataram fibras de jutas com plasma seguido de tratamento alcalino e logo após, moldagem de compósitos em poliácido láctico. Os compósitos com fibras tratadas mostraram um aumento nas suas propriedades mecânicas, além da melhora na adesão interfacial.

Paglicawan et al. (2014) trataram fibras de abaca com descarga de plasma, além de tratamento alcalino seguido do plasma. Após o tratamento, observaram modificações visuais na morfologia de superfície da fibra como rugosidade e degradação.

A descarga corona usa como meio reacional o ar atmosférico, sendo gerada através de uma alta voltagem com o potencial excedendo o ponto de ruptura do ar, que é da ordem de 26 KV/cm (ALMEIDA, 2006). Como resultado, são gerados radicais que iniciam reações de oxidação modificando o material. Esses radicais reagem com o oxigênio, grupos hidroxilas e água, causando mudança apenas nas propriedades superficiais (STEPCZYŃSKAL, 2015).

Gassan e Gutowski (2000) trataram fibras de juta com descarga corona. Os autores observaram maior polaridade nas fibras, além de uma diminuição na tenacidade com o aumento do nível de corona.

Ragoubi et al. (2010) trataram fibras de cânhamo com descarga corona e logo após o tratamento, confeccionaram compósitos fibro-reforçados em matriz de polipropileno. Os resultados observados mostram que o tratamento com corona leva a um aumento na resistência à tração, além de uma melhora de 30% nas propriedades mecânicas dos compósitos. Já Ragoubi et al. (2012) trataram fibras de miscanthus com descarga corona. Os autores observaram que à medida que o tempo de tratamento aumenta, a superfície da fibra é modificada progressivamente. Visualmente, foi possível notar a formação de algumas cavidades e a degradação da fibra.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Matéria-prima

As fibras foram adquiridas da empresa Brasjuta da Amazônia, localizada em Manaus/AM e usadas sem tratamento prévio. Para a matriz dos compósitos foi utilizada resina poliéster ortoftálica com a relação para o catalisador metil-etil-cetona a 5% em peso, a resina foi doada pela empresa Fibrasil, localizada no município de Lavras-MG.

4.2 Tratamentos nas fibras

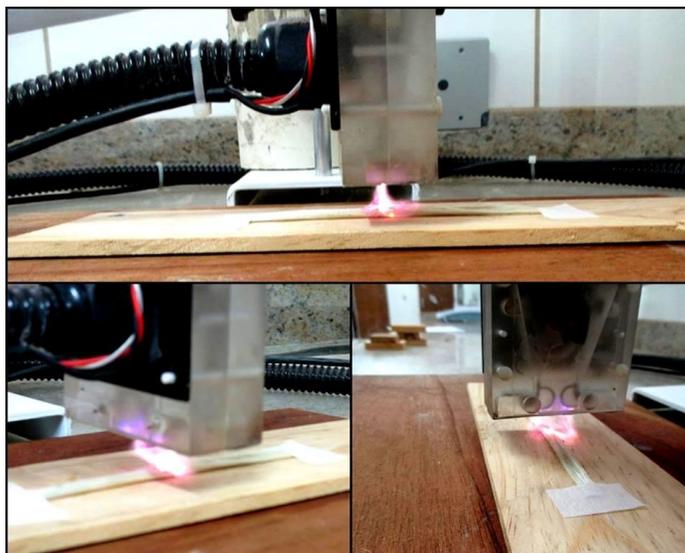
4.2.1 Lavagem com água quente

As fibras foram imersas por 4 h em água quente (100°C), com agitação a cada 15 min. Decorrida essa etapa, foram lavadas com água quente e secas em estufa a 60°C por 24 h. O tratamento foi realizado no Departamento de Ciências Florestais da Universidade Federal de Lavras.

4.2.2 Tratamento com descarga corona

Descargas elétricas foram aplicadas para a modificação superficial das fibras sem tratamento e lavadas com água quente (Figura 4). A descarga foi aplicada em feixes de juta por: 1, 5, 10 e 15 min, a uma distância de 2 cm, o tempo foi acompanhado com o auxílio de um cronômetro digital. Os tratamentos foram realizados no Departamento de Ciências Florestais da Universidade Federal de Lavras.

Figura 4 - Aplicação da descarga corona em um feixe de juta sem tratamento.



4.2.3 Confeção dos corpos de prova para teste de *pullout*

Para confecção dos corpos de prova, foram utilizadas fibras submetidas a 5 e 10 min de descarga corona, sendo moldados 5 corpos de prova para cada tempo de descarga corona, além de 5 corpos de prova para cada comprimento de embebimento de 5, 10, 20 e 30 mm.

Após os tratamentos, as fibras foram separadas em filamentos individuais e inseridas em cânulas com 25 mm de diâmetro e colocadas no molde. Posteriormente, foi adicionada resina com catalisador, em quantidade mínima para preencher o volume da cânula. Após o período de cura da resina (24 h), os corpos de prova foram desmoldados.

4.3 Caracterização

As fibras de juta foram caracterizadas pelas técnicas de espectroscopia na região do infravermelho por transformada de fourier com reflexão total atenuada (FTIR/ATR), análise termogravimétrica (TG), calorimetria

exploratória diferencial (DSC) e caracterização microestrutural por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Para as análises de FTIR/ATR, TG e DSC, as fibras foram moídas em moinho de rotor modelo MA-090CF e peneiradas a granulometria de 200 mesh.

4.3.1 Espectroscopia na região do infravermelho por transformada de fourier com reflexão total atenuada (FTIR/ATR)

As análises de espectroscopia na região do infravermelho por transformada de fourier (FTIR) foram obtidas pela técnica de reflexão total atenuada (ATR), realizadas no espectrofotômetro Shimadzu IRAffinity-1S. Os espectros foram obtidos utilizando-se 64 scans por amostra entre 4000-400 cm^{-1} . As análises foram realizadas no Departamento de Química da Universidade Federal de Lavras.

4.3.2 Análise termogravimétrica (TG)

A análise termogravimétrica foi realizada para avaliar a estabilidade e degradação das fibras, utilizando-se 5 mg de amostra. As curvas foram obtidas no equipamento Shimadzu DTG-50, conduzidas sob atmosfera de nitrogênio (fluxo de 50 mL/min), com taxa de aquecimento de 10°C/min, de 25 a 600°C. As análises foram realizadas no Departamento de Ciências Florestais da Universidade Federal de Lavras.

4.3.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A análise por calorimetria exploratória diferencial foi executada para observar a variação do fluxo de calor, sob variação controlada de temperatura, utilizando-se 5 mg de amostra. As curvas foram obtidas em equipamento Shimadzu DSC-60 em atmosfera de nitrogênio (fluxo 50 mL/min), a uma taxa de aquecimento de 10°C/min, de 25 a 600°C. As análises foram realizadas no Departamento de Ciências Florestais na Universidade Federal de Lavras.

4.3.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As fibras foram fixadas em um porta-espécime (stub) com fita adesiva de dupla face, sendo transferidas para o evaporador de ouro Balzers SCD 050 para serem recobertas com um filme de ouro. As micrografias foram obtidas no microscópio Zeiss Leo Evo 40, operando em condições de pressão variável e no modo convencional. As análises foram realizadas no Departamento de Fitopatologia da Universidade Federal de Lavras.

4.3.5 Ensaio de *pullout*

O ensaio de *pullout* foi realizado na máquina MTS Tytrori 250 com apertos ação pneumática, operando em temperatura ambiente com velocidade de 0,3 mm/min. Um mínimo de 5 amostras de cada tratamento foram ensaiadas para cada valor de L (comprimento da fibra embutida). Os resultados da tensão de tração (τ_{nom}) foram calculados pela Equação 1:

$$\tau_{nom} = \frac{P_{max}}{\pi\phi L} \quad (1)$$

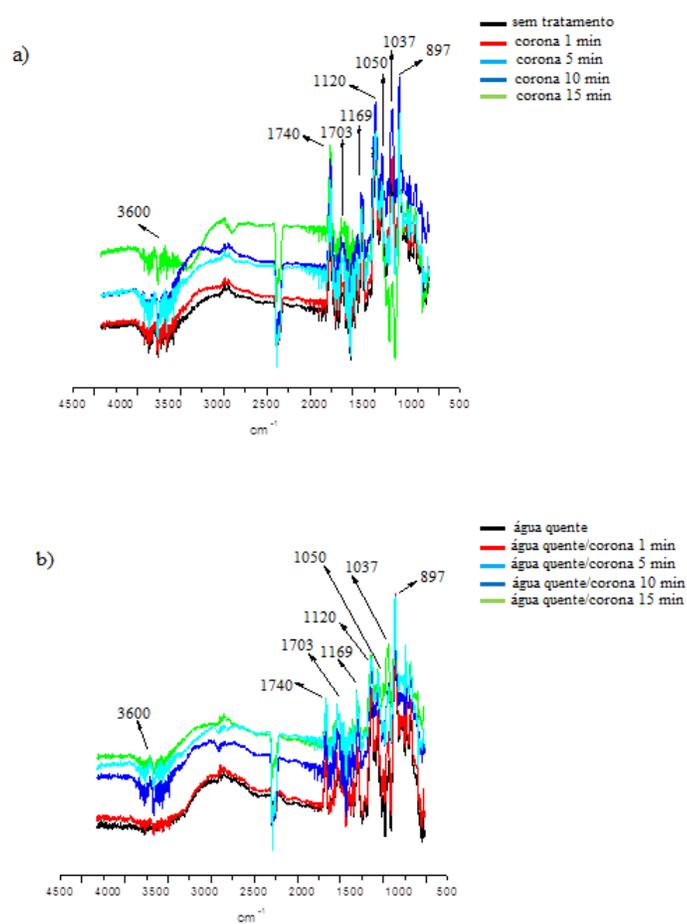
Onde P_{max} é a carga máxima, ϕ o diâmetro da fibra e L é o comprimento de embhecimento. As análises foram realizadas no Departamento de Engenharia Civil da Universidade Federal do Rio de Janeiro.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Espectroscopia na região do infravermelho por transformada de fourier com reflexão total atenuada (FTIR/ATR)

Os espectros de FTIR/ATR das fibras de juta são mostrados na Figura 5.

Figura 5 - Espectros de FTIR/ATR (a) tratamento com descarga corona; (b) água quente e descarga corona.



Nas Figuras 5a e 5b, as bandas em 897 cm^{-1} referem-se à glicose em anel na celulose e sua alteração de intensidade pode ocorrer em decorrência da limpeza das fibras após o tratamento com a descarga corona (SINHA, 2009; ELENGA et al., 2013; RELVAS, 2015). O tratamento com descarga corona resultou no aumento da intensidade das bandas em 1037 cm^{-1} presentes nas Figuras 5a e 5b, relacionadas com a ligação de hidrogênio (C-OH) no esqueleto da celulose (ELKHAOULANI et al., 2013, BARRA et al., 2015).

Kiyoumars et al. (2015) obtiveram resultados semelhantes, observando um aumento na intensidade dos grupos funcionais que possuem oxigênio após a aplicação do plasma de corona.

Após o tratamento com descarga corona, houve o surgimento das bandas em 1050 cm^{-1} (C-OH) referentes ao álcool primário nas Figuras 5a e 5b, pela oxidação e rearranjo da estrutura da celulose, sendo uma forte evidência de que o tratamento corona altera a estrutura superficial da fibra (SPINACÉ et al., 2009). As bandas 1120 e 1169 cm^{-1} presentes nas Figuras 5a e 5b, estão relacionadas ao estiramento (C-O-C) simétrico e assimétrico e em 1703 cm^{-1} também presentes nas Figuras 5a e 5b, observa-se o estiramento característico do grupo (C-O) (TORRES et al., 2014).

As bandas em 1740 cm^{-1} nas Figuras 5a e 5b estão relacionadas à carbonila de éster (C=O-O) do acetado de hemicelulose (BIAGIOTTI et al., 2004; LIU et al., 2004; SGRICCIA; HAWLEY, MIRSA, 2008) e em 3600 cm^{-1} também presentes nas Figuras 5a e 5b, têm-se o estiramento atribuído ao grupo (O-H), a partir da estrutura da lignina e celulose, evidenciando hidrogênio livre (BRIGIDA et al., 2010).

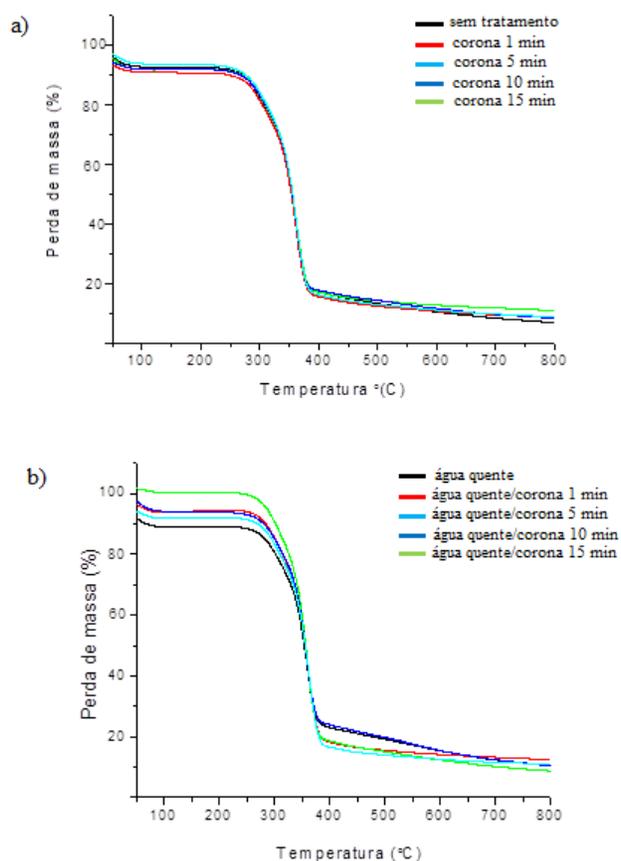
Portanto, espera-se que a descarga corona resulte no aumento da energia de superfície pela oxidação, resultando na formação de hidroxila, carbonila e outros grupos funcionais pela quebra de ligações C-C e reação subsequente com

o oxigênio (KLARHÖEFER; VIÖL; MAUS-FRIEDRICHS, 2010; RELVAS et al., 2015; TEMIZ et al., 2016).

5.2 Análise termogravimétrica (TG)

Análises termogravimétricas foram realizadas nas fibras de juta antes e após o tratamento com descarga corona. As curvas obtidas (Figura 6) apresentam processos de decomposição relacionados à presença de umidade, hemicelulose, celulose e lignina (MARTIN et al., 2010).

Figura 6 - Perda de massa em porcentagem das fibras de juta em função da temperatura (a) descarga corona; (b) água quente e descarga corona.



A perda de peso das fibras de juta observados nas Figuras 6a e 6b ocorrem, inicialmente, entre 43 a 130°C, em razão da remoção da umidade das fibras. A maior degradação das fibras ocorreu no intervalo até 390°C, representando mais de 70% do seu peso inicial. Pode-se notar, na Figura 6a, que a degradação das fibras tratadas com descarga corona foi ligeiramente maior em comparação à fibra sem tratamento.

A degradação das fibras, nas Figuras 6a e 6b, são atribuídas à decomposição da hemicelulose, lignina e celulose. A degradação da hemicelulose ocorre na faixa de 150-350°C, a celulose entre 275-350°C e a lignina entre 250 -500°C (KHALIL; SURAYA, 2011).

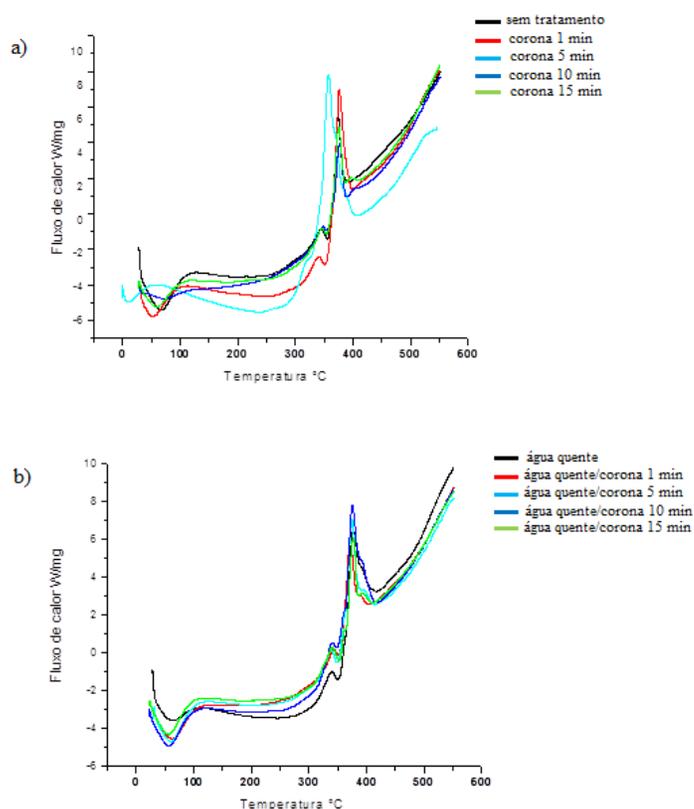
Pode-se notar um comportamento diferente para as fibras em ambos os tratamentos. A descarga corona, provavelmente, degradou os extrativos das fibras, já, no caso das fibras lavadas houve a remoção dos extrativos solúveis. Essa diferença na estabilidade térmica também pode ser explicada, em razão da formação de grupamentos que contêm oxigênio (GEORGE; MUSSONE; BRESSLER, 2014).

Relvas et al. (2015) observaram temperaturas de degradação dos constituintes da fibra lignocelulósica, após tratamento com plasma de gás atmosférico, próximos aos resultados obtidos neste trabalho.

5.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

As propriedades térmicas foram examinadas pela técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC), os resultados obtidos são mostrados na Figura 7.

Figura 7 - Curvas de calorimetria exploratória diferencial (a) tratamento com descarga corona; (b) água e descarga corona.



O pico endotérmico, observado na temperatura de 50-100°C, nas Figuras 7a e 7b, correspondem ao calor vaporização de água absorvida nas fibras. Pode-se observar, nas Figuras 7a e 7b, que a região cristalina da celulose começa a ser degradada entre 330-400°C, com a diminuição do seu grau de polimerização, sendo que o pico também está associado com a decomposição da hemicelulose e lignina, ocorrendo em torno de 275-365°C, respectivamente. Esses eventos estão sobrepostos à decomposição da celulose. Nas Figuras 7a e 7b, é possível notar que na temperatura de 400-450°C a região cristalina foi completamente degradada e a celulose decomposta em monômero de d-glucopiranosose, podendo

ainda ser dividida em radicais livres (GONÇALVES et al., 2015; DAS et al., 2016,).

A instabilidade da temperatura de degradação das fibras, observada nas Figuras 7a e 7b, podem ser explicadas em razão da diminuição dos grupos alcoólicos, fenólicos e compostos secundários. Outra explicação seria a oxidação da lignina e da celulose após o tratamento com descarga corona (SINHA, 2009; BODUR; BAKKAL; SOMNEZ, 2016).

5.4 Análise microestrutural

A morfologia de superfície das fibras de juta foi analisada pela microscopia eletrônica de varredura (MEV) e seus resultados podem ser observados nas Figuras 8 e 9.

Figura 8 - Micrografias da superfície de juta (a) sem tratamento com ampliação de 218x; (b) descarga corona 1 min com ampliação de 390x; (c) descarga corona 5 min com ampliação de 344x; (d) descarga corona 10 min com ampliação de 344x; (e) descarga corona 15 min com ampliação de 406x.

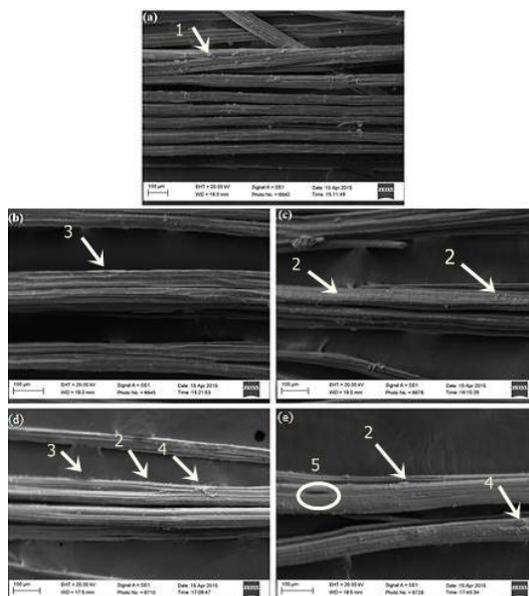
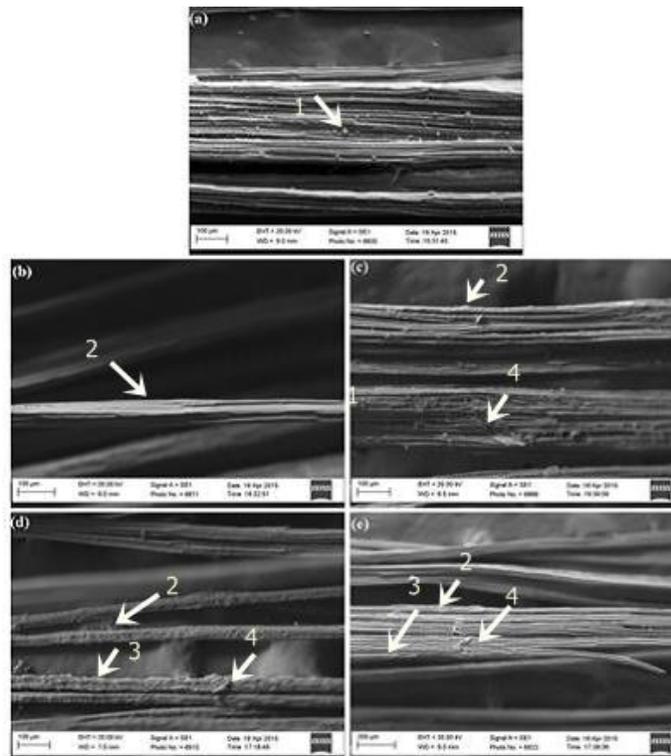


Figura 9 - Micrografias da superfície de juta (a) água quente com ampliação de 291x; (b) água quente e descarga corona 1 min com ampliação de 257x; (c) água quente e descarga corona 5 min com ampliação de 330x; (d) água quente e descarga corona 10 min com ampliação de 223x; (e) água quente e descarga corona 15 min com ampliação de 194x.

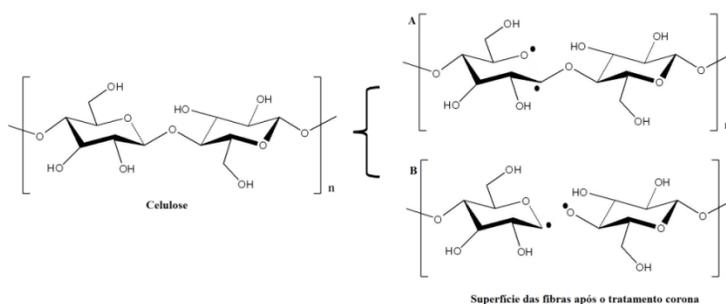


Pode-se observar, nas Figuras 8a e 9a, que as fibras apresentam em sua superfície (1) partículas ao longo de sua estrutura. Após o tratamento com descarga corona, é possível notar que a superfície das fibras encontra-se mais limpa, como mostram as Figuras 8b, 8c, 8d, 8e, 9b, 9c, 9d e 9e. Essas observações também foram detectadas por Oliveira et al. (2012) que utilizaram descarga de plasma atmosférico em fibras de banana, resultando na modificação da superfície das fibras e, como consequência, uma melhora nas suas propriedades de adesão.

Com o aumento do tempo de exposição das fibras à descarga corona, observam-se alterações morfológicas como: (2) rugosidades; (3) depressões na superfície; (4) degradação da fibra e (5) cavidade ao longo de sua estrutura como mostram as Figuras 8 e 9. Militky e Jabbar (2015) relatam um aumento na rugosidade, na superfície de fibras de juta, após exposição à descarga corona. Nos tempos de 10 min e 15 min, Figuras 8d, 8e, 9d e 9e, houve um aumento na (2) rugosidade, (4) degradação da superfície e nos pontos de ancoragem, desempenhando, assim, melhoria na interface e na aderência com o polímero (MWAIKAMBO; ANSELL, 2002; BOZACI et al., 2009; KAFI; MAGNIEZ; FOX, 2011). Park et al. (2014) relatam o aumento da rugosidade e formação de cavidades na superfície das fibras com o aumento do tempo de exposição à descarga corona.

O principal mecanismo que ocorre é a oxidação, induzida pela descarga corona nos grupos que contêm oxigênio e ataque aos grupamentos presentes na superfície da fibra (ZHENG et al., 2003; ZHANG; SUN; WADSWORTH, 1998; BAHRAMIANA; ATAIB; JAMAL, 2015). A descarga corona tem como finalidade a ionização das moléculas de oxigênio e nitrogênio presentes na atmosfera, produzindo, assim, espécies ionizadas e radicais. Essas espécies carregadas atacam a superfície da fibra de juta, levando a quebra de ligações e formando grupos com o oxigênio (KIYOU MARS; RAISI; AROUJALIAN, 2015). Os radicais gerados após a exposição ao tratamento, podem resultar em (Figura 10): (A) ruptura da ligação entre C1 e oxigênio do anel; (B) quebra do vínculo entre C1 e o oxigênio da ligação glicosídica (WARD et al., 1979).

Figura 10 - Ativação da superfície das fibras de celulose pela descarga corona.



Legenda: Radicais livres formados: (A) ruptura da ligação C1 e oxigênio; (B) ruptura entre C1 e oxigênio da ligação glicosídica.

Fonte: Adaptado de Ward et al., 1979.

Após o tratamento com descarga corona, pode-se afirmar que houve a formação de grupos contendo oxigênio, tais como ésteres, carboxilas e carbonilas, obtidos das espécies ionizadas e radicais que reagem com a celulose presente nas fibras de juta (BENHADI et al., 2011; KIYOMARS; RAISI; AROUJALIAN, 2015).

As alterações que ocorrem após o tratamento com descarga corona, efetuam-se apenas na superfície, sendo que a exposição por tempo prolongado resulta no enfraquecimento do material, pelo desgaste de sua superfície, por meio da degradação e combustão, sendo que essas características observadas corroboram a eficiência do tratamento na modificação superficial das fibras de juta (FOERCH; IZAWA; SPEARS, 1991; GUTOWSKI; WU; LI, 1993; ADEKUNLE, 2015).

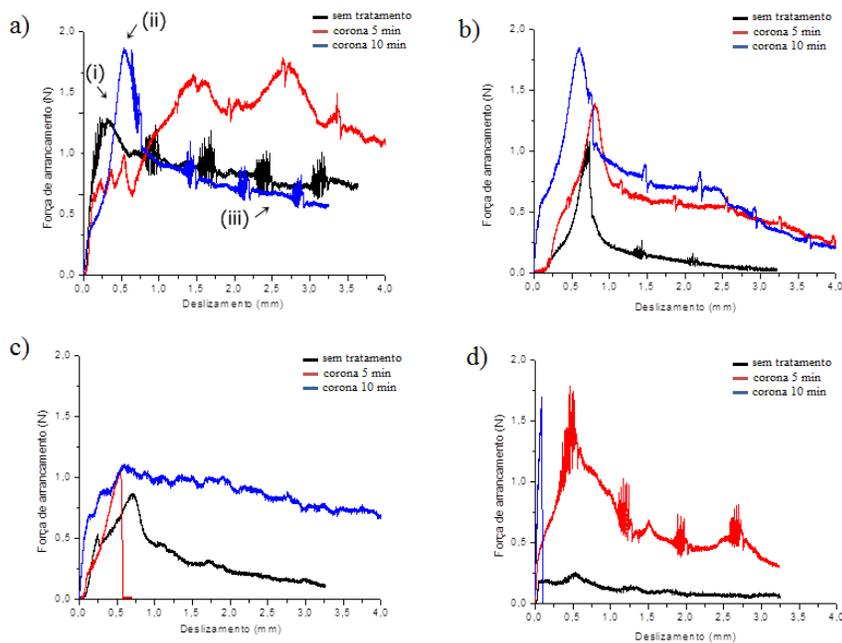
5.5 Ensaio de *pullout*

O ensaio de *pullout* tem por objetivo determinar as forças e os deslocamentos envolvidos nos diferentes comprimentos de embeбimento, sendo que a interação fibra/matriz é estimada pela aderência.

Na Figura 11, são apresentadas curvas típicas de força de arrancamento *versus* deslizamento das fibras sem tratamento e submetidas à descarga corona por 5 e 10 min, nos comprimentos de embebiamento de 5 mm, 10 mm, 20 mm e 30 mm.

Foram observados diferentes comportamentos mecânicos, em decorrência dos tratamentos realizados na fibra de juta. Nas Figuras 11a, 11b, 11c e 11d evidenciam 3 regiões: (i) ocorre a ativação da aderência, (ii) decréscimo da força de arrancamento e (iii) governado pela força de fricção (LORENZ; ORTLEPP, 2011).

Figura 11 - Curvas típicas força *versus* deslizamento para o filamento comprimento (a) 5 mm; (b) 10 mm; (c) 20 mm; (d) 30 mm.



O tratamento com descarga corona por 5 min aumentou a força adesional de 2,05 MPa para 3,55 MPa, de 1,21 MPa para 2,22 MPa, de 0,45 MPa para 0,83 MPa e de 0,08 MPa para 0,88 MPa conforme a Tabela 1.

Para o tratamento com 10 min de descarga corona, observou-se um aumento de 2,05 MPa para 3,95 MPa, de 1,21 para 2,95 MPa, de 0,45 MPa para 0,58 MPa e de 0,08 para 0,42 Mpa, conforme a Tabela 1.

De acordo com os resultados obtidos, observa-se aumento na força de arrancamento (P_{max}) relativo à melhora da adesão interfacial, que ocorre até um ponto máximo (FERREIRA et al., 2012).

Para as fibras de juta sem tratamento, verificou-se que a tensão de cisalhamento interfacial é relativamente mais baixa que os tratamentos com a descarga corona. Isso pode ocorrer, em decorrência da camada de cera presente ao redor da fibra e seu caráter hidrofílico, reduzindo, assim, a interação (FIORE et al., 2016).

É possível observar que houve aumento na força adesional com o aumento do comprimento de embebimento, sendo os melhores valores obtidos para os comprimentos de embutimento de 5 mm e 10 mm. Os autores Silva et al. (2011), observaram um aumento na força adesional com o aumento do comprimento de embebimento para fibras de sisal.

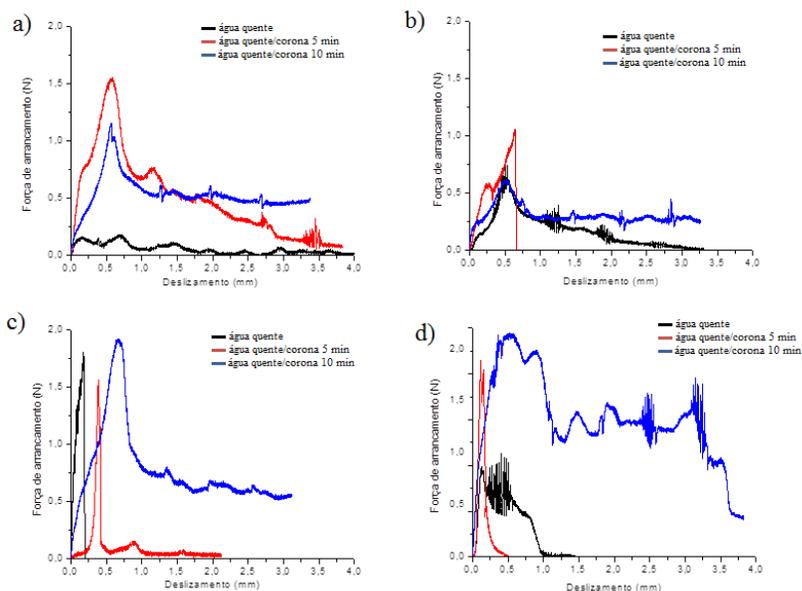
Tabela 1 - Valores médios e desvio padrão do ensaio de *pullout* de fibras de juta sem tratamento e submetidas à descarga corona por 10 min e 15 min.

Tratamento	Embebimento	P_{\max}	τ_{nom}	δ	
		mm	N	MPa	mm
Sem tratamento	5	0,96 (0,50)	2,05 (0,77)	0,32 (0,14)	
	10	1,14 (0,58)	1,21 (0,61)	0,71 (0,34)	
	20	0,86 (0,40)	0,45 (0,21)	0,71 (0,36)	
	30	0,24 (0,10)	0,08 (0,03)	0,50 (0,25)	
	Corona 5 min	5	1,11 (0,54)	3,55 (1,82)	2,95 (1,44)
		10	1,39 (0,68)	2,22 (1,09)	0,80 (0,38)
		20	1,05 (0,51)	0,83 (0,40)	0,54 (0,26)
		30	1,66 (0,87)	0,88 (0,45)	0,52 (0,25)
Corona 10 min	5	1,86 (0,95)	3,95 (1,49)	0,53 (0,26)	
	10	2,78 (1,34)	2,95 (1,46)	0,60 (0,28)	
	20	1,11 (0,50)	0,58 (0,28)	0,58 (0,32)	
	30	0,42 (0,20)	0,15 (0,07)	0,09 (0,04)	

P_{\max} = carga de arrancamento máxima; τ_{nom} = tensão nominal de aderência (máxima); δ = deslocamento referente à P_{\max} .

Na Figura 12, apresentam-se curvas típicas de força de arrancamento *versus* deslizamento das fibras lavadas com água quente e submetidas à descarga corona por 5 e 10 min, nos comprimentos de embebimento de 5 mm, 10 mm, 20 mm e 30 mm.

Figura 12 - Curvas típicas força *versus* deslizamento para o filamento comprimento de embebimento (a) 5 mm; (b) 10 mm; (c) 20 mm; (d) 30 mm.



No tratamento de 5 min, houve aumento da força adesional de 2,56 MPa para 3,29 MPa, de 0,50 MPa para 0,63 MPa, de 0,08 MPa para 0,73 Mpa, conforme a Tabela 2. No comprimento de 10 mm houve uma diminuição de 1,2 MPa para 1,12 Mpa, conforme a Tabela 2.

Com 10 min de tratamento observou-se um aumento de 0,50 MPa para 1,01 MPa, de 0,08 MPa para 0,75 Mpa, conforme a figura Tabela 2. No comprimento de 5 mm, houve uma diminuição de 2,56 MPa para 2,45 MPa, no comprimento de 10 mm, uma diminuição de 1,25 MPa para 1,12 MPa e de 1,25 MPa para 0,64 Mpa, conforme a Tabela 2, que podem ser explicados, em razão da fragilidade adquirida pelas fibras, após a lavagem com água quente e tratamento com descarga corona.

Após a lavagem com água quente, houve remoção dos extrativos solúveis e cera que cobrem a superfície das fibras de juta, liberando espaço interno dentro das regiões interfibrilares e disponibilizando possíveis locais com a exposição da celulose para a melhoria da aderência (FIORE et al., 2016).

Tabela 2 - Valores médios e desvio padrão do ensaio de *pullout* de fibras de juta lavadas com água quente e submetidas à descarga corona por 10 min e 15 min.

Tratamento	Embebimento	P_{max}	τ_{nom}	δ
	mm	N	MPa	mm
Água quente	5	0,80 (0,39)	2,56 (1,27)	0,32 (0,12)
	10	0,78 (0,41)	1,25 (0,64)	0,51 (0,24)
	20	0,63 (0,32)	0,50 (0,24)	0,18 (0,08)
	30	0,15 (0,07)	0,08 (0,03)	0,03 (0,01)
Água quente e corona 5min	5	1,55 (0,80)	3,29 (1,65)	0,58 (0,28)
	10	1,05 (0,54)	1,12 (0,57)	0,64 (0,31)
	20	1,19 (0,62)	0,63 (0,32)	0,13 (0,05)
	30	2,09 (1,03)	0,73 (0,36)	0,11 (0,07)
Água quente e corona 10 min	5	1,15 (0,58)	2,45 (1,09)	0,57 (0,27)
	10	0,60 (0,27)	0,64 (0,32)	0,50 (0,23)
	20	1,91 (0,97)	1,01 (0,42)	0,67 (0,35)
	30	2,14 (1,06)	0,75 (0,27)	0,56 (0,28)

P_{max} = carga de arrancamento máxima; τ_{nom} = tensão nominal de aderência (máxima); δ = deslocamento referente à P_{max} .

Os tratamentos propostos aumentaram a interação e adesão das fibras com a resina. Além disso, há uma melhora na ancoragem fibra-matriz, pois o polímero penetra nos poros e nas cavidades entre as camadas superficiais da fibra (SAIN; PANTHAPULAKKAL, 2004).

Aplicando-se a ANOVA (nível probabilístico de significância 5%), a fim de se analisar a eficácia dos tratamentos com a descarga corna, obteve-se diferença entre os valores de força adesional, ou seja, o tratamento com o corona influenciou na aderência das fibras de juta com a matriz.

6 CONCLUSÃO

Com a técnica de espectroscopia na região do infravermelho por transformada de fourier com reflexão total atenuada (FTIR/ATR), foi possível observar maior intensidade nos picos contendo oxigênio e o surgimento da banda em 1050 cm^{-1} correspondente a álcool primário, resultante do rearranjo da estrutura da celulose após o tratamento com descarga corona.

O comportamento térmico das fibras de juta, analisados pelas técnicas de termogravimetria (TG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC), evidenciaram a degradação da celulose, hemicelulose e lignina. As diferenças observadas nos comportamentos térmicos são devido à descarga corona promover a oxidação da lignina e da celulose.

A caracterização microestrutural das fibras revelou modificações na superfície como rugosidades, depressões na superfície, degradação da fibra e formação de cavidades na superfície das fibras de juta após a descarga corona.

Por meio dos testes de *pullout*, foi permitido observar um aumento na força adesional para as fibras tratadas com descarga corona e lavadas com água quente.

O tratamento corona demonstrou grande eficácia na aderência da fibra de juta com a matriz, sendo um tratamento rápido, sem geração de resíduos e com aplicações industriais.

REFERÊNCIAS

- ABCOL. 2012. Disponível em: <<http://www.abcol.com.br/ortoftalica.asp>>. Acesso em: 10 abr. 2015.
- ADEKUNLE, K. F. **Surface treatments of natural fibres – A review: Part 1.** Open Journal of Polymer Chemistry, v. 5, n. 3, p. 41-46, 2015.
- ALMEIDA, E. C. 2006. **O tratamento corona em filmes e peças plásticas.** Disponível em: <<http://www.coronabrasil.com.br/tratamento-filmes-pecas-plasticas.html>>. Acesso em: 25 abr. 2015.
- ALSINA, O. L. S.; CARVALHO, L. H.; RAMOS, F. F. G.; ALMEIDA, J. R. M. **Thermal properties of hybrid lignocellulosic fabric-reinforced polyester matrix composites.** Polymer Testing, v. 24, n. 1, p. 81-85, 2005.
- BAHRAMIANA, N.; ATAIB, M.; JAMAL, M. R. **Ultra-high-molecular-weight polyethylene fiber reinforced dental composites: Effect of fiber surface treatment on mechanical properties of the composites.** Dental Materials, v. 31, n. 9, p. 1022-1029, 2015.
- BARRA, B. N.; SANTOS, S. F.; BERGO, P. V. A.; JUNIOR, C. A.; GHAVAMI, K.; SAVASTANO, H. J. **Residual sisal fibers treated by methane cold plasma discharge for potential application in cement based material.** Industrial Crops and Products, v. 77, n. 23, p. 691-702, 2015.
- BARROS, J. A. O.; SILVA, F. A.; FILHO, R. D. **Experimental and numerical research on the potentialities of layered reinforcement configuration of continuous sisal fibers for thin mortar panels.** Construction and Building Materials, v. 102, p. 792-801, 2016.
- BENHADI, S.; RAGOUBI, M.; JOLY, J. P.; MOLINA, S.; GEORGE, B.; BROSSE, N. **Corona discharge treatment route for the grafting of modified β -cyclodextrin molecules onto cellulose.** Journal Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry, v. 70, n. 1, p. 143–152, 2011.
- BERTHETA, M. A.; COMMANDRÉB, J. M.; ROUAUA, N.; GONTARDA, X. N.; COUSSY, A. H. **Torrefaction treatment of lignocellulosic fibres for improving fibre/matrix adhesion in a biocomposite.** Materials & Design, v. 92, p. 223-232, 2016.

BIAGIOTTI, J.; PUGLIA, D.; TORRE, L.; KENNY, J. M. **A systematic investigation on the influence of the chemical treatment of natural fibers on the properties of their polymer matrix composites.** Polymer Composites, v. 25, n. 5, p. 470-479, 2004.

BLEDZKI, A. K., GASSAN, J. **Composites reinforced with cellulose-based fibers.** Progress in Polymer Science, v. 4, n. 2, p. 221-274, 1999.

BODUR, M. S.; BAKKAL, M.; SONMEZ, H. E. **The effects of different chemical treatment methods on the mechanical and thermal properties of textile fiber reinforced polymer composites.** Journal of Composites Materials, v. 0, n. 0, p. 1-14, 2016.

BOZACI, E.; SEVER, K.; DEMIR, A.; SEKI, Y.; SARIKANAT, M.; OZDOGAN, E. **Effect of the atmospheric plasma treatment parameters on surface and mechanical properties of jute fabric.** Fibers and Polymers, v. 10, n. 6, p. 781-786, 2009.

BRIGIDA, A. I. S.; CALADO, V. M. A.; GONÇALVES, L. R. B.; COELHO, M. A. Z. **Effect of chemical treatments on properties of green coconut fiber.** Carbohydrate Polymers, v. 79, n. 4, p. 832-838, 2010.

BUFALINO, L.; CAIXETA, L. A.; PROTASIO, T. P.; SCATOLINO, M. V.; MESQUITA, R. G.; MENDES, L. M.; TONOLI, G. H. D.; MARCONCINI, J. M. **Options for chemical modification of wastes from a Brazilian hardwood species and potential applications.** Key Engineering Materials, v. 634, p. 321-328, 2015.

CALLISTER, J. W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** 5 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. 589 p.

CAVALCANTI, W. S. **Compósitos poliéster / tecidos tramados vegetal – vidro: caracterização mecânica e simulação da sorção de água.** 2006. 122 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos)- Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2006.

CLAIRE, T.; CHRISTELLE, T.; PASCAL, T.; JEAN, D.; PHILIPPE L. **Atmospheric pressure plasmas: A review.** Spectrochimica Acta Part B, v. 61, n. 1, p. 2-30, 2006.

DAS, A. M.; HAZARIKA, M. P.; GOSWAMI, M.; YADAV, A.; KHOOND, P. **Extraction of cellulose from agricultural waste using Montmorillonite K-**

10/LiOH and its conversion to renewable energy: Biofuel by using *Myrothecium gramineum*. Carbohydrate Polymers, v. 141, n. 5, p. 20-27, 2016.

ELENGA, R. G.; DJEMIA, P.; TINGAUD, D.; CHAUVEAU, T.; MANIONGUI, J. G.; DIRRAAS, G. F. **Effects of álcali treatment on the microstructure, composition, and properties of the *Raffia textilis* fiber.** BioResources, v. 8, n. 2, p. 2934-2949, 2013.

ELKHAOULANI, A.; ARRAKHIZ, F. Z.; BENMOUSSA, K.; BOUHIFID, R.; QAISS, A. **Mechanical and thermal properties of polymer composite based on natural fibers: Moroccan hemp fibers/polypropylene.** Materials & Design, v. 49, p. 203-208, 2013.

ELMAJDOUBI, M.; VU-KHANH, T. **Effect of cooling rate on fracture behaviour of polypropylene.** Theoretical and Applied Fracture Mechanics, v. 39, n. 2, p. 117-126, 2003.

FARUK, O.; BLEDZKI, A. K.; FINK, H. P.; SAIN, M. **Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010.** Progress in Polymer Science, v. 37, n. 11, p. 1552-1596, 2012.

FERREIRA, S. R.; LIMA, P. R. L.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. **Influência dos ciclos molhagem-secagem em fibras de sisal sobre aderência com matrizes de cimento Portland.** Revista Matéria, v. 17, n. 2, p.1024-1034, 2012.

FIORE, V.; SCALICI, T.; NICOLETTI, F.; VITALE, G.; PRESTIPINO, M.; VALENZA, A. **A new eco-friendly chemical treatment of natural fibers: effect of sodium bicarbonate on properties of sisal fibre and its epoxy composites.** Composites Part B, v. 85, p. 150-160, 2016.

FOERCH, R.; IZAWA, J.; SPEARS, G. **A comparative study of the effects of remote nitrogen plasma, remote oxygen plasma, and corona discharge treatments on the surface properties of polyethylene.** Journal of Adhesion Science and Technology, v. 5, n. 7, p. 549-564, 1991.

FRIDMAN, A. **Plasma chemistry.** New York: Cambridge University Press, 2008. 1022 p.

GASSAN, J.; GUTOWSKI, V. S. **Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute-fibre epoxy composites.** Composites Science and Technology, v. 60, n. 15, p. 2857-2863, 2000.

GIBEOP, N. D. W.; LEE, D. W.; PRASAD, V. C.; TORU, F.; KIM, B. S.; SONG, J. I. **Effect of plasma treatment on mechanical properties of jute fiber/poly (lactic acid) biodegradable composites**. *Advanced Composite Materials*, v. 22, n. 6, p. 389-399, 2013.

GEORGE, M.; MUSSONE, P. G.; BRESSLER, D. C. **Surface and thermal characterization of natural fibers treated with enzymes**. *Industrial Crops and Products*, v. 53, p. 365-373, 2014.

GONÇALVES, A. P. B.; MIRANDA, C. S.; GUIMARÃES, D. H.; OLIVEIRA, J. C.; CRUZ, A. M. F.; SILVA, F. L. B. M.; LUPORINI, S.; JOSÉ, N. M. **Physicochemical, mechanical and morphologic characterization of purple banana fibers**. *Materials Research*, v. 18, n. 2, p. 205-209, 2015.

GUTOWSKI, W. S.; WU, D. Y.; LI, S. **Surface silanization of polyethylene for enhance adhesion**. *The Journal of Adhesion*, v. 43, n. 1-2, p. 139-155, 1993.

HOSSEN, M. D.; HAMDAN, S.; RAHMAN, M. R. R.; LIEW, F. K.; LAI, J. C. L. **Effect of fiber treatment and nanoclay on the tensile properties of jute fiber reinforced polyethylene/clay nanocomposites**. *Fibers and Polymers*, v. 16, n. 2, p. 479-485, 2015.

HULL, D.; CLYNE, T. W. **An introduction to composite materials**. *Solid State Science Series*. Ed 2. Cambridge, Academic, 1996. 344 p.

ISTADI, N. A. S. A. **Co-generation of synthesis gas and C₂C hydrocarbons from methane and carbon dioxide in a hybrid catalytic-plasma reactor: A review**. *Fuel*, v. 85, n. 5-6, p. 577-592, 2006.

JOSEPH, K.; MEDEIROS, E. S.; CARVALHO, L. H. **Compósitos de matriz poliéster reforçado por fibras curtas de sisal**. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, São Paulo, p. 136-141, 1999.

KAFI, A. A.; MAGNIEZ, K.; FOX, B. L. **A surface-property relationship of atmospheric plasma treated jute composites**. *Composites Science and Technology*, v. 71, n. 15, p. 1692-1698, 2011.

KASLIWAL, S. G.; JONES, J. W. **Misturadores contínuos realizam boa formulação de termoplásticos com fibras naturais**. *Revista Plástico Industrial*, n. 83, p. 110-121, 2005.

KHALIL, A. H. P. S.; SURAYA, N. L. **Anhydride modification of cultivated kenaf bast fibers: morphological spectroscopic and thermal studies.**

BioResources, v. 6, n. 2, p. 1122-1135, 2011.

KIYOUMARS, Z.; RAISI, A.; AROUJALIAN, A. **Surface modification of polyamide composite membranes by corona air plasma for gas separation applications.** RSC Advances, n. 5, p. 19760-19772, 2015.

KLARHÖFER, L.; VIÖL, W.; MAUS-FRIEDRICHS, W. **Electron spectroscopy on plasma treated lignin and cellulose.** Holzforschung, v. 64, n. 3, p. 331-336, 2010.

KOGELSCHATZ, U.; **Dielectric-barrier discharges: their history, discharge physics, and industrial applications.** Plasma Chemistry and Plasma Processing, v. 23, n. 1, p. 1-46, 2003.

LARKIN, D. W.; ZHOU, L.; LOBBAN, L. L.; MALLINSON, R. G. **Product selectivity control and organic oxygenate pathways from partial oxidation of methane in a silent electric discharge reactor.** Industrial & Engineering Chemical Research, v. 40, n. 23, p. 5496-5506, 2001.

LEÃO, M. A. **Fibras de licuri: um reforço alternativo de compósitos poliméricos.** 2008. 109 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)- Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008.

LEÃO, R. M. **Tratamento superficial de fibra de coco e aplicação em materiais compósitos como reforço do polipropileno.** 2012. 89p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)- Universidade de Brasília, Brasília, 2012.

LORENZ, E., ORTLEPP, R. **Bond behaviour of textile reinforcements – Development of a pull-out test and modeling of the respective bond versus slip relation.** In: Parra-Montesinos, G. J.; Reinhardt, H. W.; Naaman A. E. Sixth International workshop on high performance fiber reinforced cement composites (HPFRCC 6). Ann Arbor, p. 463-470, 2011.

LIU, W.; MOHANTY, A. K.; DRZAL, L. T.; ASKEL, P.; MISRA, M. **Effects of alkali treatment on the structure, morphology and thermal properties of native grass fibers as reinforcements for polymer matrix composites.** Journal of Materials Science, v. 39, n. 3, p. 1041-1054, 2004.

MANO, E. B. **Polímeros como materiais de engenharia.** São Paulo: Editora Edgard Blücher, 1991. 182 p.

MARTIN, A. R.; MARTINS, A. M. A.; SILVA, O. R. R. F.; MATTOSO, L. H. C. **Studies on the thermal properties of sisal fiber and its constituents.** *Thermochimica Acta*, v. 506, n. 1-2, p. 14-19, 2010.

MILITKY, J.; JABBAR, A. **Comparative evaluation of fiber treatments on the creep behavior of jute/green epoxy composites.** *Composites Part B*, v. 80, p. 361-368, 2015.

MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M.; **Ensaio de Pull out em fibras lignocelulósicas uma metodologia de análise.** *Revista Matéria*, v. 11, n. 3, p. 189-196, 2006.

MOTA, R. C. S. **Análise de viabilidade técnica de utilização da fibra de bananeira com resina sintética em compósitos.** 2010. 107 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2010.

MWAIKAMBO, L. Y.; ANSELL, M. P. **Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalinization.** *Journal of Applied Polymer Science*, v. 84, n. 12, p. 2222-2234, 2002.

NETO, J. R. A., CARVALHO, L. H., ARAÚJO, E. M. **Influência da adição de uma carga nanoparticulada no desempenho de compósitos poliuretano/fibra de juta.** *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 17, n. 1, p. 10-15, 2007.

OLIVEIRA, F. R.; ERKENS, L.; FANGUEIRO, R.; ANTÔNIO, P. S. **Surface modification of banana fibers by DBD plasma treatment.** *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, v. 32, n. 2, p. 259-273, 2012.

PAGLICAWAN, M. A.; KIM, B. S.; BASILIA, B. A.; EMOLAGA, C. S.; MARASIGAN, D. D.; MAGLALANG, P. E. C. **Plasma-treated abaca fabric/unsaturated polyester composite fabricated by vacuum-assisted resin transfer molding.** *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, v. 1, n. 3, p. 241-246, 2014.

PARK, M.; KIM, H. Y.; JIN, F. L.; LEE, S. Y.; CHOI, H. S.; PARK, S. J. **Combined effect of corona discharge and enzymatic treatment on the mechanical and surface properties of wool.** *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, v. 20, n. 1, p. 179-183, 2014.

PIRES, N. E.; MERLINI, C.; AL-QURESHI, H. A.; SALMORIA, G. V.; BARRA, G. M. O. **Efeito do tratamento alcalino de fibras de juta no comportamento mecânico de compósitos de matriz epóxi**. *Polímeros*, v. 22, n. 4, p. 339-344, 2012.

POLIRESINAS. 2012. Disponível em:
<<http://www.poliresinas.com.br/resinapoliester-500.html>>. Acesso em: 10 abr. 2015.

RABELLO, M. S. **Aditivação de polímeros**. São Paulo: Editora Artliber, 2000. 242 p.

RAGOUBI, M.; BIENAIMÉ, D.; MOLINA, S.; GEORGE, B.; MERLIN, A. **Impact of corona treated hemp fibers onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof**. *Industrial Crops and Products*, v. 31, n. 2, p. 344-349, 2010.

RAGOUBI, M.; GEORGE, B.; MOLINA, S.; BIENAIMÉ, D.; MERLIN, A.; HIVER, J. M.; DAHOUN, A. **Effect of corona discharge treatment on mechanical and thermal properties of composites based on miscanthus fibres and polylactic acid or polypropylene matrix**. *Composites: Part A*, v. 43, n. 4, p. 675-685, 2012.

RELVAS, C.; CASTRO, G.; RANA, S.; FANGUEIRO, R. **Characterization of physical, mechanical and chemical properties of quiscal fibers: The influence of atmospheric DBD plasma treatment**. *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, v. 35, n. 5, p. 863-878, 2015.

REN, X.; LI, K. **Investigation of vegetable-oil-based coupling agents for kenaf-fiber-reinforced unsaturated polyester composites**. *Journal Applied Polymer Science*, v. 128, n. 2, p. 1101-1109, 2013.

RODRIGUEZ, F. **Principies of polymer systems**. Ed 4. Washington: Taylor & Francis, 1996. 732 p.

ROSA, I. M. D.; KENNY, J. M.; PUGLIA, D.; SANTULLI, C.; SARASINI, F. **Morphological, thermal and mechanical characterization of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres as potential reinforcement in polymer composites**. *Composites Science Technology*, v. 70, n. 1, p. 116-122, 2010.

SABA, N.; JAWAID, M.; OTHMAN, Y, A.; PARIDAH, M. T. **A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites.** Construction and Building Materials, v. 106, p. 149-159, 2016.

SAIN, M.; PANTHAPULAKKAL, S. **Green fibre thermoplastic composites.** Polymer Composites and the Environment, p. 181-206, 2004.

SANTOS, V. T. O. **Composição e digestibilidade enzimática do bagaço de cana-de-açúcar pré-tratado com ácido sulfúrico diluído em reator estático.** 2010. 101p. Dissertação (Mestrado em Ciências)- Universidade de São Paulo, Lorena, 2010.

SGRICCIA, N.; HAWLEY, M. C.; MIRSA, M. **Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites.** Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, v. 39, n. 10, p. 1632-1637, 2008.

SHALWAN, A.; YOUSIF, B. F. **In State of Art: Mechanical and tribological behaviour of polymeric composites based on natural fibres.** Materials and Design, v. 48, p. 14-24, 2013.

SISTI, L.; TOTARO, G.; VANNINI, M.; FABBRI, P.; KALIA, S.; ZATTA, A.; CELLI, A. **Evaluation on the retting process as a pre-treatment of vegetable fibers for the preparation of high-performance polymer biocomposites.** Industrial Crops and Products, v. 81, p. 56-65, 2016.

SILVA, F. A., MOBASHER, B., SORANAKOM, C., TOLEDO FILHO, R. D. **Effect of fiber shape and morphology on interfacial bond and cracking behaviors of sisal fiber cement based composites.** Cement & Concrete Composites, v. 33, n. 8, p.814-823, 2011.

SINHA, E. **Effect of cold plasma treatment on macromolecular structure, thermal and mechanical behavior of jute fiber.** Journal of Industrial Textiles, v. 38, n. 4, p. 317-339, 2009.

SINHA, E.; PANIGRAHI, S. **Effect of plasma treatment on structure, wettability of jute fiber and flexural strength of its composite.** Journal of Composite Materials, v. 43, n. 17, p. 1791-1802, 2009.

SPINACÉ, M. A. S.; LAMBERT, C. S.; FERMOSELLI, K. K. G.; PAOLI, M. A. **Characterization of lignocellulosic curaua fibres.** Carbohydrate Polymer, v.77, n. 1, p.47-53, 2009.

STĘPCZYŃSKAL, M. **Analysis of the decay of some effects of modification of polylactide surface layers.** *Polimery*, v. 60, n. 7-8, p. 462-467, 2015.

TEMİZ, A.; AKBAS, S.; AYDIN, I.; DEMIRKIR, C. **The effect of plasma treatment on mechanical properties, surface roughness and durability of plywood treated with copper-based wood preservatives.** *Wood Science and Technology*, v. 50, n. 1, p. 179-191, 2016.

TOLEDO, R.; GHAVAMI, K.; SCRIVENER, K. **Development of vegetable fiber-matrix composites of improved durability.** *Cement and Concrete Composites*, v. 25, p. 185-196, 2003.

TORRES, J. G.; SYLLA, D.; MOLINA, L.; CRESPO, E.; MOTA, J.; BAUTISTA, L. **Surface modification on cellulosic substrates via atmospheric pressure plasma polymerization of acrylic acid: Structure and properties.** *Applied Surface Science*, v. 305, n. 30, p. 292-300, 2014.

TOTARO, G.; CRUCIANI, L.; VANNINI, M.; MAZZOLA, G.; GIOIA, D. D.; CELLI, A.; SISTI, L. **Synthesis of castor oil-derived polyesters with antimicrobial activity.** *European Polymer Journal*, v. 56, p. 174-184, 2014.

ZHANG, D.; SUN, Q.; WADSWORTH, L. C. **Mechanism of corona treatment on polyolefin films.** *Polymer Engineering & Science*, v. 38, n. 6, p. 965-970, 1998.

ZHENG, Z.; TANG, X.; SHI, M.; ZHOU, G. **A study of the influence of controlled corona treatment of UHMWPE fibers in reinforced vinyl ester composites.** *Polymer International*, v. 52, n. 12, p. 1833-1838, 2003.

WARD, T. L.; JUNG, H. Z.; HINOJOSA, O.; BENERITO, R. R. **Characterization and use of radio frequency plasma-activated natural polymers.** *Journal Applied Polymer Science*, v. 23, n. 7, p. 1987-2003, 1979.

WANG, H.; KABIR, M. M.; LAU, K. T. **Hemp reinforced composites with alkalization and acetylation fibre treatments.** *Polymers & Polymer Composites*, v. 22, n. 3, p. 247-252, 2014.

WOLLERDORFER, M.; BADER, H. **Influence of natural fibers properties of biodegradable polymers.** *Industrial Crops and Products*, v. 8, n. 2, p. 105-112, 1998.

YANG, H.; LEE, L. J. Comparison of unsaturated polyester and vinylester resins in low temperature polymerization. Journal Applied Polymer Science, v. 79, n. 7, p. 1230-1242, 2000.

YILMAZ, N. D. Agro-residual fibers as potential reinforcement elements for biocomposites. Lignocellulosic Polymer Composites, p. 233-270, 2015.