

ANÁLISE FRACTOGRÁFICA DE UM ESTUDO DE ADESÃO INTERFACIAL DE UM COMPÓSITO DE MATRIZ POLIÉSTER REFORÇADO COM FIBRA DO ENGAÇO DA PALMA PROVENIENTE DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO DO ÓLEO DE PALMA*

*Edwillson Gonçalves de Oliveira Filho¹
Jean da Silva Rodrigues²
Roberto Tetsuo Fujiyama³
César Tadeu Nasser Medeiros Branco⁴
Fábio Santos de Sousa⁵
Alisson Clay Rios da Silva⁶
Verônica Scarpini Candido⁷
Sergio Neves Monteiro⁸*

Resumo

Apresenta-se um estudo ordenado dos aspectos fractográficos de amostras preparadas para ensaios de adesão mecânica interfacial, compostos de resina poliéster teraftálica reforçado com fibra do engajo da palma. As superfícies de fratura indicaram mecanismos de falha das amostras após solicitação mecânica estática de resistência a tensão de cisalhamento, à temperatura ambiente. Essas superfícies de fratura são provenientes dos ensaios de fragmentação e extração de filamento, sendo analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Assim, os principais aspectos fractográficos revelados são identificados, documentados e discutidos neste trabalho. No primeiro momento, foram feitas análises superficiais de fratura de amostras submetidas aos ensaios de fragmentação. A análise microscópica foi necessária para saber as razões das tensões de falha terem sido acusadas nos gráficos tensão/deformação. No segundo momento, foram feitas análises das superfícies de fratura da interface reforço/matriz de amostras onde ocorreram fricções reforço/matriz (pull out parcial) e arrancamento do filamento embebido na matriz polimérica (pull out total). Essas análises foram importantes, pois podemos concluir com mais exatidão, através das imagens, os motivos dos resultados das propriedades da interface do material. O estudo fractográfico foi eficiente, dando-nos indicações dos procedimentos a serem adotados no processamento dos compósitos para a melhoria das propriedades mecânicas.

Palavras-chave: Compósito, Fibras naturais, Adesão interfacial, Pull out, Fractografia, Sustentabilidade.

FRACTOGRAPHIC ANALYSIS OF AN INTERFACIAL ADHESION STUDY OF A COMPOSITE OF MATRIX POLYESTER REINFORCED WITH FIBER OF THE PALMA ENGAGEMENT FROM THE PROCESS OF EXTRACTION OF PALMA OIL

Abstract

Present an ordered study of the fractographic aspects of samples prepared for interfacial mechanical adhesion assays, composed of therapephalic polyester resin reinforced with palm entrapment fiber. The fracture surfaces indicated failure mechanisms of the samples after static mechanical stress shear stress at room temperature. These fracture surfaces were obtained from the fragmentation and filament extraction tests and analyzed in the Scanning Electron Microscope (SEM). Thus, the main fractographic aspects revealed are identified, documented and discussed in this work. At the first moment, superficial fracture analyzes of samples submitted to the fragmentation tests were done. The microscopic analysis was necessary to know the reasons for the failure voltages to be accused in the strain / strain graphs. In the second moment, fracture surfaces of the interface reinforcement / matrix of samples were analyzed where friction reinforcement / matrix (partial pull out) and pullout of the filament embedded in the polymer matrix (pull out total) occurred. These analyzes were important because we can

conclude with more accuracy, through the images, the reasons for the results of the interface properties of the material. The fractographic study was efficient, giving us indications of the procedures to be adopted in the processing of the composites for the improvement of the mechanical properties.

Keywords: Composite, Natural fibers, Interfacial adhesion, Pull out, Fractography, Sustainability.

- ¹ *Doutorando, Pesquisador, Pós-graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia, UFPA, Belém, Pará, Brasil.*
- ² *Doutor, Professor, Faculdade de Engenharia de Materiais, IFPA, Belém, Pará, Brasil.*
- ³ *Doutor, Professor, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, UFPA, Belém, Pará, Brasil.*
- ⁴ *Mestre, Professor, Faculdade de Engenharia Mecânica, UFPA, Belém, Pará, Brasil.*
- ⁵ *Doutorando, pesquisador, Pós-graduação em Engenharia Civil, UFPA, Belém, Pará, Brasil.*
- ⁶ *Doutor, Professor, Faculdade de Engenharia de Materiais, UFPA, Belém, Pará, Brasil.*
- ⁷ *Doutora, Professora, Faculdade de Engenharia de Materiais, UFPA, Belém, Pará, Brasil.*
- ⁸ *Doutor, Professor, Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, IME, Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Atualmente, os materiais compósitos são utilizados em diversas áreas em substituição a algumas ligas metálicas em função de suas propriedades superiores e maior flexibilidade de projeto. No entanto, os compósitos de resina poliéster reforçados com fibras sintéticas e naturais possuem algumas propriedades limitadas pela resistência da interface resultante da interação fibra – matriz. Segundo Levy Neto e Pardini [1], um dos principais fatores que influenciam as propriedades mecânicas e mecanismos de falha em compósitos com reforço de fibras são as propriedades da interface reforço/matriz.

Muito se tem estudado sobre as propriedades do reforço e da matriz, assim como fração volumétrica, orientação ou comprimento do reforço. Porém, poucos desses estudos analisam as propriedades da interface reforço/matriz, a qual é fundamental para uma avaliação mais consistente do desempenho do compósito [1].

Para essa análise, é muito utilizada a fractografia das amostras. A fractografia é uma das ferramentas essenciais desenvolvida para obter informações, confirmar ou remover as suspeitas, e compreender como sucede o processo de falha nos compósitos [2][3][4]. Por isso, a análise fractográfica da região da interface fibra/matriz é fundamental na determinação das propriedades de engenharia assumidas em dados de projeto. A capacidade de absorção de energia e a tenacidade dos compósitos são otimizadas pelos mecanismos de molhabilidade e adesão, que controlam a formação de uma região interfacial fibra/matriz consistente. [5][6][7]

Entretanto, se pequenas variações acontecerem no tratamento superficial das fibras, mudanças significativas podem ser introduzidas na resistência à adesão interfacial fibras/matriz e, conseqüentemente, alterar as propriedades do compósito. [8][9][10]. A fraca adesão interfacial resulta em fibras com a superfície sem o revestimento de resina, que por sua vez, causa a redução na resistência à tração transversal, resistência à compressão e cisalhamento, deixando o compósito mais susceptível à falha [11][12].

No presente trabalho, estuda-se o comportamento entre os materiais na interface considerando a interação da resina com a fibra natural. Em outras palavras, procura-se investigar por meio de experimentos, a determinação de parâmetros interfaciais reforço/matriz que caracterizam o compósito, visando à possibilidade de fabricar compósitos com a fibra do cacho vazio (engaço) da palma, como reforço de matrizes poliméricas, buscando apresentar uma alternativa tecnológica tanto para a agroindústria do óleo de palma, quanto para a automobilística e moveleira.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

2.1.1 Resina Poliéster

O polímero utilizado foi a resina poliéster tereftálica insaturada fabricada pela Ara Química S.A. sob a denominação comercial de Arazyn AZ 1.0 # 34. O agente de cura utilizado foi o peróxido de MEK (PERMEC D-45), nas proporções de 1% (v/v).

2.1.2 Fibras Naturais

A fibra utilizada foi do engaço da palma, sendo este um dos rejeitos de uma usina extratora de óleo de palma (dendê). A usina pertence à empresa da Vale em

sociedade com o Grupo MSP, Biopalma da Amazônia SA, que fica no município de Moju, a 150 km de Belém, no Pará.



Figura 1. Fibra do engaço da palma.

2.2 Procedimento experimental

2.2.1 Tratamento químico das fibras naturais

Antes das fibras serem conduzidos a confecção das amostras, uma porção delas foi tratada quimicamente. Foram utilizados para o tratamento de mercerização em solução alcoólica de 10% de hidróxido de sódio (NaOH), 200 mL de solução, durante um período de 1h, à temperatura ambiente. Esta solução possuía um pH igual a 13. Após os tratamentos, as fibras foram neutralizadas com sucessivas lavagens em água e secas a temperatura ambiente (25,8°C) e umidade de 50% por 48 horas. Durante o tratamento, a razão entre massa de fibras (g) por volume de solução (mL) foi em média de 0,1 à 0,075 g/mL.

2.2.2 Fabricação dos corpos de prova

O experimento consistiu em realizar alguns tipos de ensaios, a saber, o ensaio de extração e fragmentação de filamento, os quais são essenciais para análise da interface fibra-matriz. Os corpos de prova do teste de extração de filamento foram confeccionados nas dimensões segundo a norma ASTM-D 1761 [13], conduzida sob três profundidades diferentes de imersão da fibra no polímero, de 5 mm, 10mm e 20mm. Já os corpos de prova do ensaio de fragmentação possuíam dimensões conforme a norma ASTM D638 – 89 [14]. Para isso, foram fabricados gabaritos, os quais mantinham a fibra imersa e bem esticada na resina poliéster, controlando a mesma forma das medidas durante a confecção dos corpos de prova.

Essas superfícies de fratura das amostras submetidas aos ensaios de fragmentação e extração de filamento foram analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). No primeiro momento, foram feitas análises da interface das superfícies de fratura de todas as amostras submetidas aos ensaios de fragmentação. No segundo momento, foram feitas análises das superfícies de fratura da interface das amostras onde ocorreu o arrancamento do filamento embebido na matriz polimérica (*pull out* total). Essas análises arrancadas foram importantes, pois podemos concluir com mais exatidão as razões dos resultados, a saber, comprimento crítico (lc) e tensão de cisalhamento interfacial (τ_i).

As imagens foram organizadas de maneira a ilustrar a formação da superfície de fratura das amostras submetidas aos ensaios de fragmentação e extração de filamento, utilizando fibras do engajo da palma *in natura* e tratadas quimicamente. A análise microscópica foi realizada nas faces superior e inferior de todas as amostras selecionadas e fragmentadas para detectar a possível presença de elementos estranhos ao material, que às vezes, podem ser confundidos como partes integrantes dos aspectos fractográficos. Contudo, nenhum tipo de impureza foi detectado ao longo da varredura executada em ambas as faces das superfícies fraturadas.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Superfícies de fratura das amostras fragmentadas *in natura*

Observando a superfície de fratura da amostra (Figura 2), é nítida a regularidade nas proximidades entre a interface fibra/matriz, evidenciado que a tensão de falha ocorreu devido à expansão de trincas nas extremidades da superfície. Fica muito evidente também nessa amostra que o comprimento de transferência da energia mecânica da matriz ao filamento, pós-falha da matriz, esteve muito acima da média. Isso significa que a interface reforço/matriz não esteve fortalecida nesta amostra, proporcionando um descolamento de um filamento de 12 mm de comprimento. O formato da calota nos mostra também que a molhabilidade da resina com a fibra não foi suficiente para uma adesão interfacial reforço/matriz eficaz.

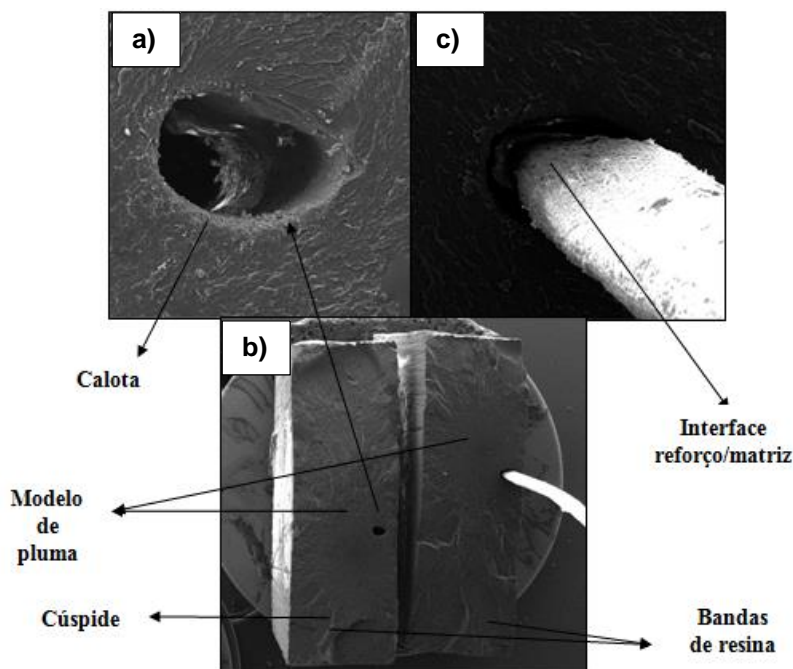


Figura 2. Superfície da amostra (*in natura*) submetida ao ensaio de fragmentação de filamento: a) Amostra esquerda com ampliação de 300x b) Superfícies fraturadas com ampliação de 21x c) Amostra direita com ampliação de 300x.

3.2 Superfícies de fratura das amostras fragmentadas *tratadas quimicamente*

Já na amostra, observando a região interfacial matriz/reforço (Figura 3), é possível notar o aparecimento de uma trinca que se propagou ao longo da superfície de fratura. É provável que essa trinca evidencie uma possível desunião na interface, a qual fez propagar uma fissura ao longo da superfície, apesar do alongamento da fibra ser maior que da matriz.

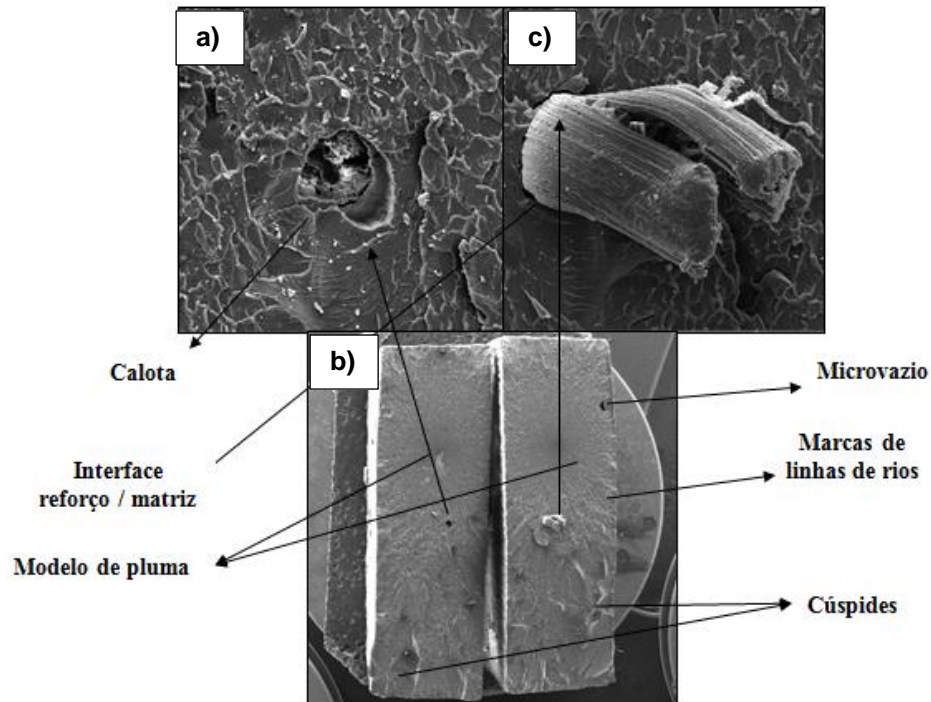


Figura 3. Superfície da amostra (tratada quimicamente) submetida ao ensaio de fragmentação de filamento: a) Amostra esquerda com ampliação de 300x b) Superfícies fraturadas com ampliação de 21x c) Amostra direita com ampliação de 300x.

3.3 Superfícies de fratura das amostras de pull out *in natura*

A amostra abaixo (Figura 4) foi à única que sofreu arrancamento total na interface matriz/reforço, com ausência de pedaços de fibra na calota. Com isso, deduzimos com as imagens que houve um descolamento interfacial, onde certamente não aconteceu uma adesão interfacial consistente. Isso pode ser atribuído a uma alta porosidade na região da interface que gerou uma adesão fibra/matriz muito enfraquecida. Assim, para encontrar as variáveis interfaciais, foi realizada uma estimativa, levando em consideração os valores das outras amostras com mesma profundidade de imersão, com suas respectivas tensões e cargas de falhas.

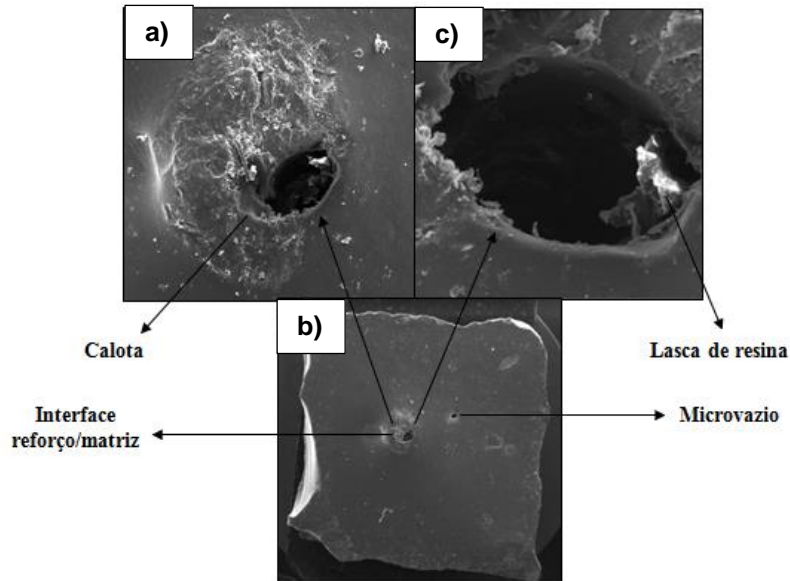


Figura 4. Superfície da amostra *in natura* submetida ao ensaio de extração de filamento com profundidade de imersão de 5 mm: a) Foco da região friccionada matriz/reforço com ampliação de 150x b) Foco da região que sofreu *pull out* total na interface matriz/reforço ampliação de 500x c) Superfície de fratura com ampliação de 26x.

3.4 Superfícies de fratura das amostras de *pull out* tratada quimicamente

Assim como a amostra *in natura*, a amostra tratada quimicamente foi à única das mercerizadas que sofreu arrancamento total na interface matriz/reforço (Figura 5). Porém, similar ao caso da amostra da Figura 4, o filamento foi arrancado muito facilmente na máquina de tração. Assim, por meio das imagens, percebemos que houve um descolamento interfacial, onde certamente aconteceu uma fraquíssima adesão interfacial. Isso pode ser atribuído a formações de meniscos e meias-luas nas adjacências da superfície, ocasionadas pelo gabarito. Além disso, o que pode ter provocado essa extração precoce foi uma alta porosidade interna na região da interface que gerou uma adesão fibra/matriz muito enfraquecida.

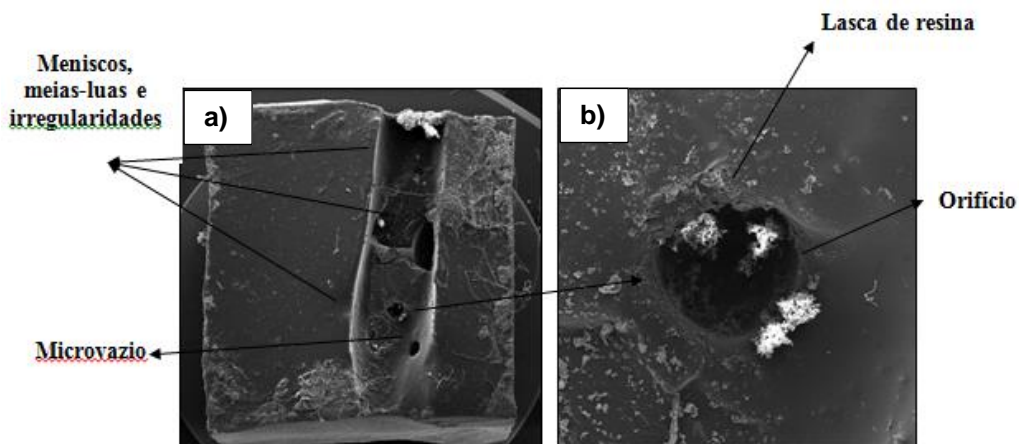


Figura 5. Superfície da amostra tratada quimicamente submetida ao ensaio de extração de filamento com profundidade de imersão de 5 mm: a) Superfície de fratura com ampliação de 26x b) Foco da região que sofreu *pull out* total na interface matriz/reforço com ampliação de 200x.

4 CONCLUSÃO

As análises fractográfica foram importantes, pois concluíram com mais exatidão, através das imagens, os motivos da significativa interferência do tratamento superficial nas propriedades da adesão interfacial reforço/matriz. A partir dos resultados obtidos na análise fractográfica conclui-se que compósitos similares ao estudado quando submetidos à solicitação mecânica estática de resistência a tensão de cisalhamento é caracterizado pela presença dos seguintes aspectos: marcas de linhas de rios, microvazios, microporosidade, modelos de pluma, bandas de resina e cúspides de cisalhamento. O estudo fractográfico foi eficiente também na determinação dos mecanismos de falha dominantes em cada composição fabricada, dando-nos indicações dos procedimentos a serem adotados no processamento dos compósitos para a melhoria das propriedades mecânicas.

Agradecimentos

A CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), pelo auxílio financeiro e ao Instituto Federal do Pará (IFPA) por permitir a utilização dos laboratórios.

REFERÊNCIAS

1. LEVI NETO, F. PARDINI, L. C. Compósitos estruturais: ciência e tecnologia.1. Ed. São Paulo: Blucher, 2006.
2. CÂNDIDO, G. M. *et al.* Fractografia de compósito estrutural aeronáutico submetido à caracterização de tenacidade à fratura interlaminar em modo I. *Polímeros*, vol. 22, n. 1, p. 41-53, 2012.
3. SOHN, M. S.; HU, X. Z. Comparative study of dynamic and static delamination behavior of carbon/epoxy composite laminates. *Composites*, v. 26, n. 12, p. 849858, 1995.
4. MECHAKRA, H.; NOUR, A.; LECHEB, S.; CHELLIL, A. Mechanical characterizations of composite material with short Alfa fibers reinforcement. *Composite Structures*, n. 124, p.152–162, 2015.
5. FRANCO, L. A. L. Análise fractográfica de compósitos poliméricos estruturais. Dissertação (Mestrado em Física e Química de Materiais Aeroespaciais) – Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, 2003.
6. KADDAMI, H.; DUFRESNE, A.; KHELIFI, B.; BENDAHOU, A.; TAOURIRTE, M.; RAIHANE, M.; ISSARTEL, N.; SAUTEREAU, H.; GÉRARD, J.; SAMI, N. Short palm tree fibers – Thermoset matrices composites. *Composites: Part A*, n. 37, p. 1413–1422, 2006.
7. GOPINATH, A.; KUMAR.M, S.; ELAYAPERUMAL A. Experimental Investigations on Mechanical Properties Of Jute Fiber Reinforced Composites with Polyester and Epoxy Resin Matrices. *Procedia Engineering*, n. 97, p.2052 – 2063, 2014.
8. FERNANDES, E.M.; MANO, J.F.; R.L. REIS. Hybrid cork–polymer composites containing sisal fibre: Morphology, effect of the fibre treatment on the mechanical properties and tensile failure prediction. *Composite Structures* n. 105, p. 153–162, 2013.

9. MERLINI, C.; SOLDI, V., BARRA, G.O. Influence of fiber surface treatment and length on physico-chemical properties of short random banana fiber-reinforced castor oil polyurethane composites. *Polymer Testing*, N. 50, p. 833-840, 2011.
10. SILVA, R. V. Compósito de Resina Poliuretano Derivada de Óleo de Mamona e Fibras Vegetais. 2003. 157 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.
11. RODRIGUES, J. S. Comportamento mecânico de material compósito de matriz poliéster reforçado por sistema híbrido fibras naturais e resíduos da indústria madeireira. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia, Mestrado em Engenharia Mecânica, Belém, 2008.
12. NEWAZ, G. M. *Delamination in Advanced Composites*. Technomic, Lancaster, 1991.
13. ASTM D 1761. “Standard Test Methods for Mechanical Fasteners in Wood.” Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.
14. ASTM D 638 – 89. “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastic (Metric).” Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.
15. ASTM D 638 – 89. “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastic (Metric).” Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.