

AVALIAÇÃO DINÂMICO-MECÂNICA DE COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIÉSTER INCORPORADA COM FIBRAS DE COCO ¹

Sergio Neves Monteiro²
Rubén Jesus Sanchez Rodriguez³
Felipe Perissé Duarte Lopes⁴
Gustavo Wagner de Menezes⁵

Resumo

Fibras extraídas de cascas de coco vêm sendo utilizadas em regiões temperadas e tropicais, particularmente em países do terceiro mundo como o Brasil, para fabricação de compósitos de interesse mundial como painéis para construção civil e estofamento de veículos. O objetivo do presente trabalho foi realizar um estudo da variação com a temperatura dos parâmetros dinâmico-mecânicos de compósitos com matriz poliéster incorporada com fibras de coco. Diferentes percentagens em peso de fibras de coco, até 40%, foram misturadas com resina poliéster ortoftálica e, após prensagem, curada por 24 horas à temperatura ambiente. Ensaio de DMA (dynamic mechanical analysis) foram realizados em equipamento TA para se obter os módulos de armazenamento e perda, bem como a tangente delta para cada diferente compósito. Os resultados desses parâmetros revelam que a incorporação de fibra de coco diminui a rigidez viscoelástica da matriz poliéster, embora provoque um aumento entre os compósitos com até 30% de fibra. Além disso, ocorrem modificações na temperatura de transição vítrea e no pico α de relaxação com maior percentual de fibras de coco. A interação destas fibras com as moléculas da matriz reduz a mobilidade das moléculas do poliéster e justifica os resultados obtidos.

Palavras-chave: Fibra de coco; Compósito; Matriz poliéster; Comportamento dinâmico-mecânico; Temperatura de transição vítrea.

DYNAMIC-MECHANICAL EVALUATION OF POLYESTER MATRIX COMPOSITES INCORPORATED WITH COIR FIBERS

Abstract

The coconut fiber extracted from the fruit shell, known as coir fiber, is being applied as composites of worldwide interest for building panels and automobile seat cushions, in temperate and tropical regions, particularly third world countries like Brazil. The objective of the present work was to carry out a study on the temperature variation of the dynamic-mechanical parameters of polyester matrix composites incorporated with continuous coir fibers. Different weight percentages, up to 40 wt.% of coir fibers were mixed with orthophthalic polyester resin and, after press molding, cured for 24 hours at room temperature. Dynamic-mechanical, DMA, tests were conducted in a TA equipment to obtain the storage modulus, the loss modulus and the tangent delta for each different composite. The DMA results revealed that the incorporation of coir fibers decreases the viscoelastic stiffness of the polyester matrix, even though an increase among the composites is promoted up to 30 wt.% of fiber addition. Moreover, modifications in the glass transition temperature and in the α relaxation peak occurred with greater coir fiber percentage. The interaction of these fibers with the matrix molecules reduces the polyester molecular mobility and justifies the results of this evaluation.

Key words: Coir fiber; Composites; Polyester matrix; Dynamic-mechanical behavior; Glass transition temperature.

¹ Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

² PhD, Laboratório de Materiais Avançados – LAMAV, Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense, CCT/UENF, Av. Alberto Lamego, 2000, 28015-620, Campos dos Goytacazes, RJ – Brasil. sergio.neves@ig.com.br.

³ D.Sc., Professor, LAMAV – CCT/UENF.

⁴ Estudante de Graduação, LAMAV – CCT/UENF.

⁵ D.Sc., LAMAV – CCT/UENF.

INTRODUÇÃO

Compósitos poliméricos reforçados com fibras extraídas da casca do coco apresentam vantagens específicas sobre outros compósitos tais como o baixo custo e maleabilidade.^[1-4] Estas vantagens tornaram estes compósitos de fibra de coco os mais apropriados para certos usos industriais como mantas para proteção de solo e estofamento de automóveis.^[5,6] Por outro lado, o uso destes compósitos exige diferentes solicitações mecânicas que podem abranger condições estáticas, quase-estáticas e dinâmicas. O comportamento mecânico em condições quase-estáticas, através de ensaios de flexão, foi objeto de outras publicações.^[7-11] Nestas constatou-se que as fibras de coco não contribuem de maneira apreciável como reforço de compósitos com matriz poliéster. Entretanto, a resistência mecânica destes compósitos é suficientemente elevada para permitir sua utilização como elementos não estruturais para a construção civil na forma de painéis de vedação e forros. A dificuldade da fibra de coco em reforçar o compósito foi atribuída^[9] ao seu baixo módulo de elasticidade em confronto com o da pura resina poliéster. Além disto, a fibra de coco apresenta uma baixa tensão interfacial com a matriz de poliéster, o que reduz a resistência mecânica quase-estática do compósito.^[11]

Do conhecimento dos autores do presente trabalho, até o momento não foram realizadas investigações sobre o comportamento mecânico em condições dinâmicas de compósitos poliméricos reforçados com fibras de coco. A técnica de avaliação dinâmico-mecânica, sobretudo com variação da temperatura, vem sendo utilizada para a determinação de propriedades de compósitos reforçados com fibras naturais.^[12,13] Esta técnica, conhecida pela sigla inglesa DMA, permite avaliar comportamento viscoelástico bem como a região de transição vítrea de compósitos poliméricos. Os parâmetros avaliados: módulo de armazenamento, E' , módulo de perda, E'' , e a tangente delta, $\tan \delta$, servem como indicadores para o nível de interação entre a matriz polimérica e a fibra incorporada como reforço. Muitos estudos de DMA já foram realizados em compósitos poliméricos reforçados com fibras sintéticas,^[14-16] para mencionar alguns. Por outro lado, existem relativamente poucos trabalhos sobre DMA em compósitos poliméricos com fibras naturais,^[12,13,17-19] nenhum investigando fibras de coco.

Assim, o objetivo do presente trabalho foi realizar um estudo exploratório e preliminar da variação com a temperatura dos parâmetros dinâmico-mecânicos de compósitos com matriz poliéster incorporada com fibras de coco.

MATERIAIS E MÉTODOS

Fibras extraídas da casca de coco foram adquiridas na forma de grandes mechas emaranhadas que, após simples limpeza e secagem na temperatura ambiente, apresentaram o aspecto ilustrado na Figura 1(a). Destas mechas, fibras foram individualmente separadas, Figura 1(b), e tiveram suas características reportadas em outra publicação.^[11]

Para a confecção dos corpos de prova compósitos, iniciou-se com a colocação de até 40% em peso de fibras de coco alinhadas em um molde retangular de 57 x 13. mm. Em seguida, verteu-se a resina poliéster ortoftálica insaturada juntamente com o endurecedor, dentro do molde. Os corpos de prova com 3 mm de espessura assim confeccionados, Figura 2, foram curados à temperatura ambiente por pelo menos 24 horas e então submetidos a ensaios de DMA, no modo de flexão em três pontos em um equipamento da TA Instruments, modelo DMA-298, operando na frequência de 1 Hz, fluxo de nitrogênio e taxa de aquecimento de 3°/min, pertencente ao IMA/UFRJ.



Figura 1 – Aspecto das fibras de coco: (a) mecha emaranhada como adquirida; (b) fibras individuais retiradas da mecha.

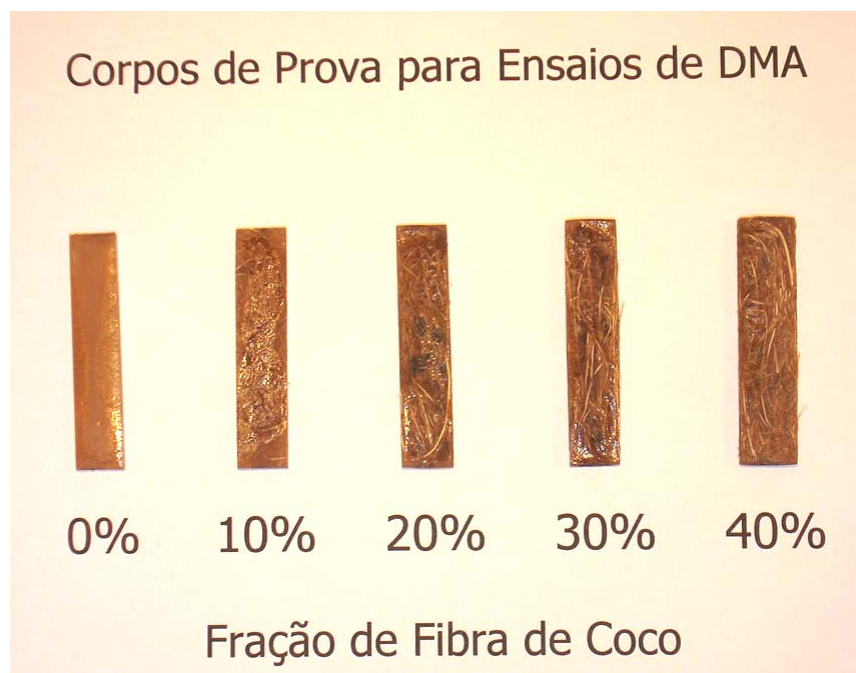


Figura 2 – Corpos de prova dos compósitos incorporados com fibras de coco.

Curvas da variação de E' , E'' e $\tan \delta$ com a temperatura foram simultaneamente registradas entre -100 e 180°C para cada corpo de prova. Além disso, duas seqüências de ensaios foram realizadas no mesmo corpo de prova. A Figura 3 apresenta o equipamento utilizado neste estudo



Figura 3 – Equipamento da TA Instruments utilizado nos ensaios de DMA.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 4 ilustra o conjunto de curvas dos parâmetros dinâmico-mecânicos obtidos em função da temperatura para a resina poliéster pura. A Figura 5 ilustra as mesmas curvas para o compósito com 40% de fibra de coco.

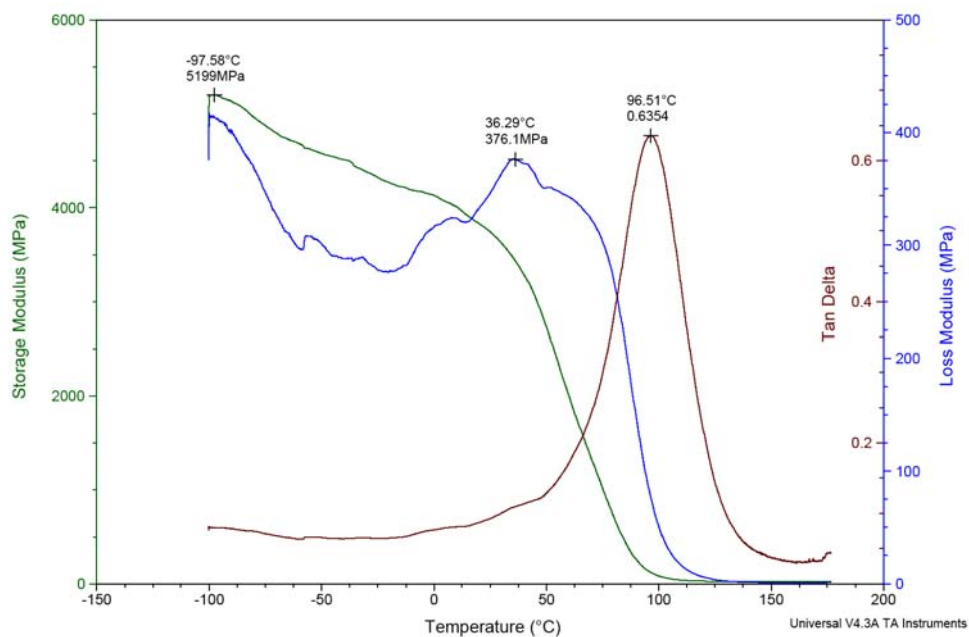


Figura 4 – Variação dos parâmetros dinâmico-mecânicos com a temperatura para a resina poliéster pura.

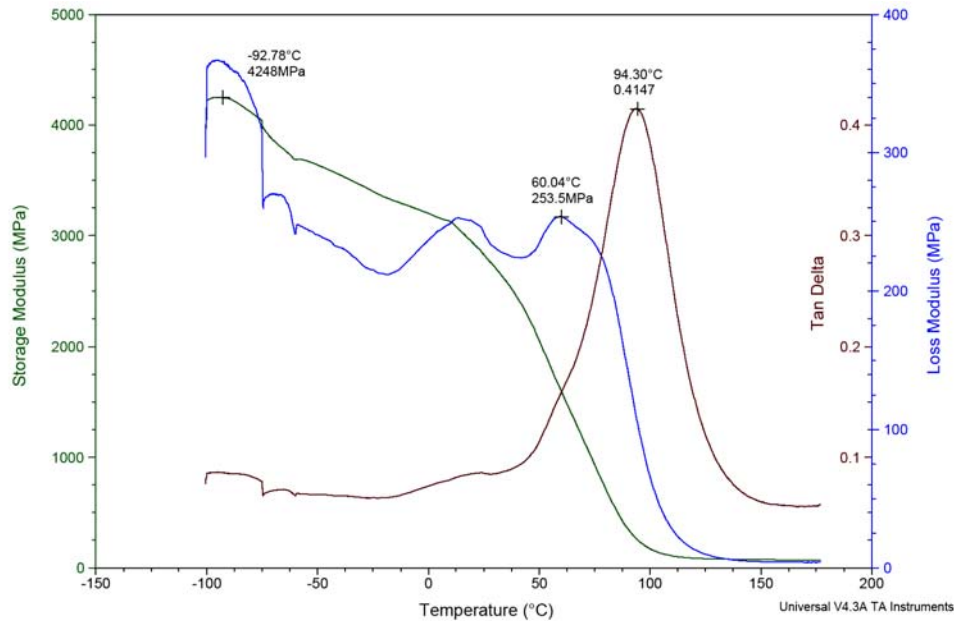


Figura 5 – Variação dos parâmetros dinâmico-mecânicos com a temperatura para o compósito com 40% de fibra de coco.

Através de curvas como as das Figuras 4 e 5 pode-se identificar possíveis pontos associados à temperatura de transição vítrea, T_g , do material. Estes pontos, indicados em cada uma das curvas, são estimativas visuais e dão uma idéia do grande intervalo de variação da T_g . No presente estudo, este aspecto do comportamento dos compósitos mostra que o valor máximo da T_g , identificado no pico da $\tan \delta$, diminui ligeiramente com a incorporação da fibra de coco. A justificativa para este fato está relacionada com a interação entre as fibras e as cadeias poliméricas reduzindo a capacidade do poliéster de cristalizar-se.^[20]

A Figura 6 apresenta a variação do módulo de armazenamento, E' , com a temperatura para os compósitos estudados. O valor de E' está diretamente relacionado com a capacidade de o material suportar cargas mecânicas com deformação recuperável, sendo análogo ao módulo de flexão.^[13] Como observado na Figura 6, ocorre um significativo decréscimo no valor de E' com a incorporação de fibra de coco até cerca de 80°C, quando então todos os materiais sofrem considerável amolecimento térmico. Isto é devido, provavelmente, à diminuição da rigidez da matriz poliéster quando se acrescenta a fibra de coco. Na realidade, a fibra de coco apresenta uma baixa tensão interfacial com a matriz poliéster^[16] o que acarreta menor grau de transferência de esforços da matriz para a fibra através da interface. Ou seja, a introdução de fibra de coco tende a reduzir tanto a rigidez quanto a resistência mecânica da matriz poliéster.^[16]

Vale aqui mencionar que no caso de outros compósitos,^[13,21] ao contrário dos resultados da Figura 6, a incorporação de fibras naturais aumenta a rigidez da matriz.

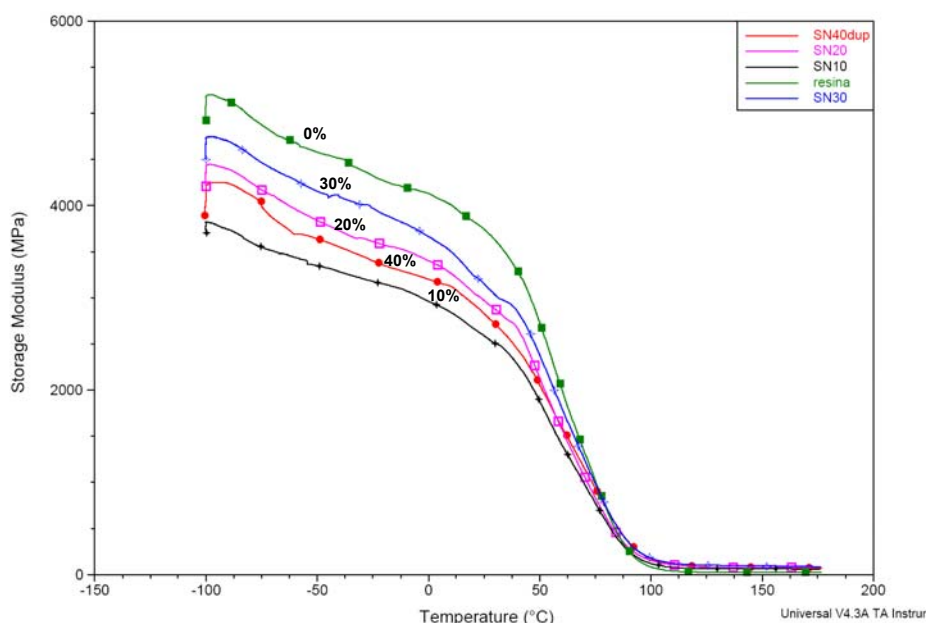


Figura 6 – Variação do módulo de armazenamento, E' , com a temperatura para os compósitos de fibra de coco.

A Figura 7 mostra a variação do módulo de perda, E'' , com a temperatura para os compósitos estudados. De um modo geral, todas as curvas de E'' mostram valores máximos pouco abaixo de -100°C que poderiam estar associados ao pico γ de relaxação.^[13] O pico γ corresponde à transição vítrea do polímero que constitui a matriz, no caso, resina poliéster. Um segundo pico bem definido ocorre a 40°C para o poliéster puro e por volta de 60°C para os compósitos de fibra de coco. Estes picos podem ser identificados como picos α de relaxação. Esta relaxação é atribuída à mobilidade das cadeias na face cristalina do polímero da matriz, provavelmente devido à reorientação das áreas de defeito.^[13] O desvio para maiores temperaturas, de 40 para 60°C , com a incorporação de fibra de coco pode ser associado à redução na flexibilidade do compósito causada pela interação das fibras de coco com as cadeias poliméricas.^[22]

Em relação aos resultados de E' e E'' , considerando-se somente os compósitos nas Figura 6 e 7, respectivamente, nota-se um aumento gradual de 10 para 30% de fibra de coco. Isto indica que, embora diminua a rigidez viscoelástica, do poliéster com adição de qualquer percentagem de fibra de coco, existe uma tendência de aumento do compósito com 10% para 30% e depois uma diminuição de 40% de fibra de coco. A provável explicação seria o efeito de interação das fibras com as cadeias poliméricas,^[22] quanto maior fosse a fração de fibra incorporada. A diminuição correspondente a 40% pode ser consequência da dificuldade na molhabilidade de uma elevada quantidade de fibra durante o processamento com a resina poliéster ainda líquida.^[16]

A Figura 8 apresenta a variação da $\tan \delta$ com a temperatura para os compósitos estudados. Vale lembrar que a $\tan \delta$ representa o fator de perda mecânica, medido pela razão $\tan \delta = E''/E'$, que se traduz na capacidade de amortecimento do material. Este amortecimento está associado ao equilíbrio entre a fase elástica e fase viscosa em uma estrutura polimérica, no caso a matriz dos compósitos.

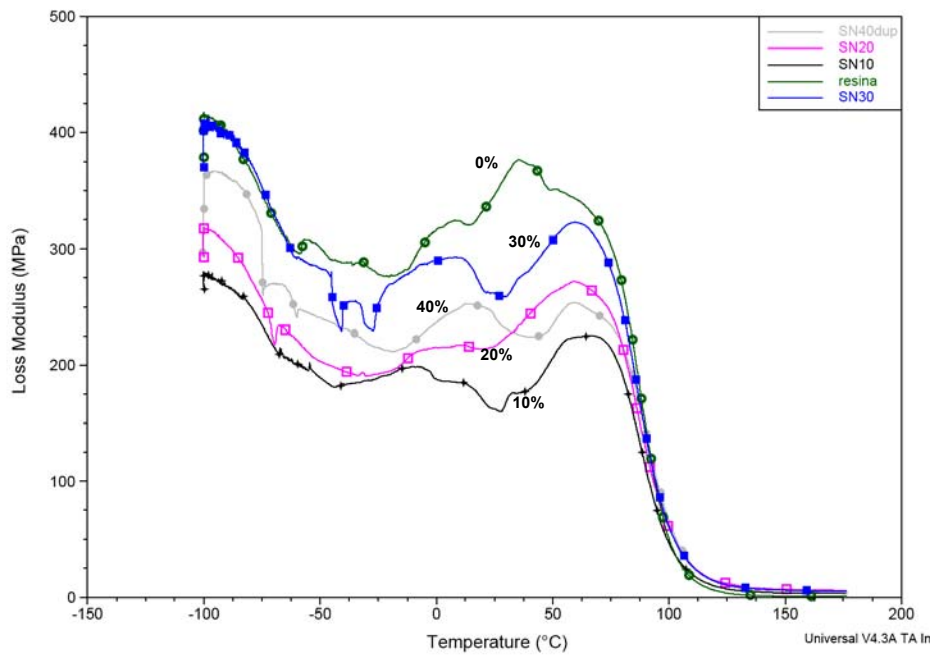


Figura 7 – Variação do módulo de perda, E'' , com a temperatura.

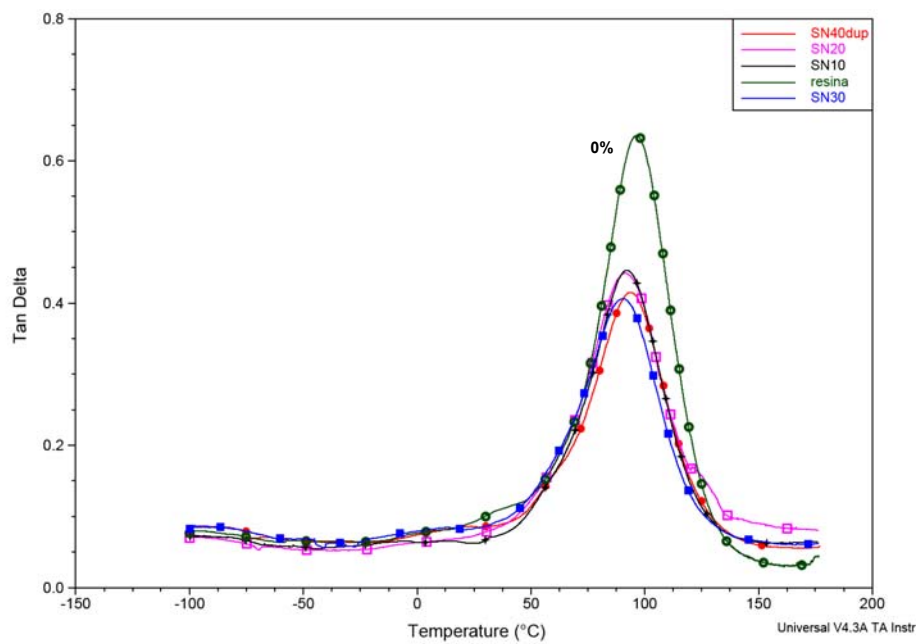


Figura 8 – Variação da $\tan \delta$ com a temperatura para compósitos com fibras de coco.

Observa-se na Figura 8 que todos os compósitos com fibras de coco apresentam, aproximadamente, mesma amplitude dos picos de $\tan \delta$, com máximos bem abaixo do pico correspondente ao poliéster puro. Isto é uma consequência do fato de as fibras de coco suportarem parcialmente a tensão aplicada sobre o compósito e permitirem que somente parte desta tensão possa deformar a interface fibra/matriz. Assim, a dissipação de energia fica restrita à matriz e à interface, sendo que, quanto mais resistente for a interface, menor a dissipação de energia.^[23]

CONCLUSÕES

Ensaio de DMA em compósitos de matriz poliéster reforçada com até 40% de fibras extraídas da casca do coco mostraram um ligeiro decréscimo no valor da máxima temperatura de transição vítrea da matriz com a incorporação da fibra o que foi atribuído à sua interação com as cadeias poliméricas.

A introdução de fibra de coco tende a reduzir os módulos de armazenamento e de perda, o que se justifica pela dificuldade de transferência de esforços da matriz para as fibras, devido à baixa tensão interfacial.

O amortecimento traduzido pelo valor da $\tan \delta$ diminui com a adição da fibra de coco à matriz poliéster, possivelmente pelo fato de que somente parte da tensão aplicada possa deformar a interface fibra/matriz.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERJ, CNPq, Capes e FENORTE/TECNORTE. Um agradecimento especial é devido à Prof^a. Bluma Guenther Soares, pelo uso do equipamento TA do Instituto de Macromoléculas, IMA/UFRJ.

REFERÊNCIAS

- 1 SATYANARAYANA, K.; PILLAI, C.K.S.; SUKUMARAN, K.; PILLAI, S.C.K.; ROHATGI, P. K.; VIJAYAN, K. J. Structure property studies of fibres from various parts of the coconut tree. **Mater. Sci.**, v. 17, p. 2453–2462, 1982.
- 2 VENKATASWAMY, K.G.; PILLAI, C.K.S.; PRASAD, V.S.; SATYANARAYANA, K.G. Effect of weathering on the mechanical properties of midribs of coconut leaves. **J. Mater. Sci.**, v. 22, p. 3167–3173, 1987.
- 3 CALADO, V.; BARRETO, D.W.; D'ALMEIDA, J.R.M. The effect of chemical treatment on the structure and morphology of coir fibers. **J. Mater. Sci. Letters**, v. 19, p. 2151–2154, 2000.
- 4 ROUT, J.; MISRA, M.; TRIPATHY, S.S.; NAYAK, S.K.; MOHANTY, A.K. The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites. **Comp. Sci. Technol.**, v. 61, p. 1303–1310, 2001.
- 5 SCHUH, T.G.; CAYER, U. **Lignocellulosic – Plastic Composites**. pp 181-195, Botucatu, Brasil: USP/UNESP, 1997.
- 6 Página da MERCEDES-BENZ na Web. Disponível em <www.mercedes-benz.com.br>. Acesso em 30m de agosto de 2006.
- 7 HILL, C.A.S.; KHALIL, H.P.S.A. The effect of environmental exposure upon the mechanical properties of coir or palm fiber reinforced composites. **J. Appl Polym. Sci.**, v. 77, p. 1322–1330, 2000.
- 8 ROUT, J.; TRIPATHY, S.S.; MISHRA, M.; MOHANTY, A.K.; NAYAK, S.K. The influence of fibre surface modification on mechanical properties of coir-polyester composites. **Polym. Composites**. V. 22, p 468-472, 2001.
- 9 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; LOPES, F.P.D.; D'ALMEIDA, J.R.M., Structural characteristics and properties of coir fiber wastes reinforced polymeric composites, In: III International Congress on Materials, Cartagena, Colombia, 2005, p. 1-6.
- 10 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; LOPES, F.P.D.; D'ALMEIDA, J.R.M., Mechanical Strength of Polyester Matrix Composites Reinforced with Coconut Fiber Wastes. **Revista Matéria**, v.10, n. 4, p.571-576, 2005.

- 11 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; CARVALHO, E.A.; D'ALMEIDA, J.R.M. Efeito de interface fibra/matriz sobre a resistência de compósitos poliméricos reforçados com fibras de coco, **Revista Matéria**, v. 11, n. 4, p. 395-402, 2006.
- 12 RAY, D.; SARKAR, B.K.; DAS, S.; RANA, A.K. Dynamic mechanical and thermo analysis of vinylester - resin – matrix composites reinforced with untreated and alkali-treated jute fibres. **Compos. Sci. Technol.** v. 62, n. 2, p. 911-917, 2002.
- 13 MOHANTY, S.; VERMA, S.K; NAYAK, S.K. Dynamic mechanical and thermal properties of MAPE treated jute/HDPE composites. **Compos. Sci. Technol.** v. 66, p. 538-547, 2006
- 14 KUBAT, J.; RIODAHL, M.; WELANDER, M. Characterization of interfacial interactions in high density polyethylene filled with glass spheres using dynamic mechanical analysis. **J. Appl. Polym. Sci.** v. 39, p. 1527-1539, 1990.
- 15 BIKIARIS, D.; MATZINOS, P.; PRINOS, J.; FLARIS, V.; LARENA, A.; PANAYIOTOU, C. Use of silanes and copolymers as adhesion promoters in glass fibre/polyethylene composites. **J. Appl. Polym. Sci.** v. 80, p. 2877-2888, 2001.
- 16 VAJRASTHIRA, C.; AMORNSAKCHAI, T.; LIMCHAROEN, B. Fibre-matrix interaction in aramid short fibre reinforced thermoplastic composites. **J. Appl. Polym. Sci.** v. 87, p. 1059-1067, 2003.
- 17 JOSEPH, S.; SREEKALA, M.S.; THOMAS, S. Viscoelastic properties of oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites. **Internat. J. Plast. Tech.** v 5, n 1, p. 28-35, 2002.
- 18 AURICH, T.; MENNIG, G. Characterization of injection moulded flax reinforced polypropylene. **Internat. J. Plast. Tech.** v 5, n 1, p. 9-14, 2002.
- 19 MOHANTY, S.; VERMA, S.K; NAYAK, S.K.; TRIPATHY, S.S. Influence of fiber treatment on the performance of sisal-polypropylene composites. **J. Appl. Polym. Sci.** v. 94, p. 1336-1345, 2004.
- 20 RANA, A.K.; MITRA, B.C.; BANERJEE, A.N. Short jute fibre-reinforced polypropylene composites: dynamic mechanical study. **J. Appl. Polym. Sci.** v. 71, p. 5331-539, 1999.
- 21 GEORGE, J.; BHAGAWAN, S.S.; THOMAS, S. Thermogravimetric and dynamic mechanical thermal analysis of pineapple fibre reinforced polyethylene composites. **J. Thermal Anal.** V. 47, p. 1121-1140, 1996.
- 22 MACHADO, M.A.L., BIAGIOTTI, J.; KENNY, J.M. Comparative study of the effects of different fibres on the processing and properties of ternary composites based on PP-EPDM blends. **Poly. Compos.** v. 23, p. 779-789, 2002.
- 23 FELIX, J.M.; GATENHOLM, P. The nature of adhesion in composites of modified cellulose fibre and polypropylene. **J. Appl. Polym. Sci.** v. 42, p. 601-620, 1991.