



AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS POR FIBRAS DE SISAL ATRAVÉS DO PLANEJAMENTO FATORIAL DE EXPERIMENTOS¹

Leandro José da Silva²
Túlio Hallak Panzera³
Vânia Regina Velloso³
Juan Carlos Campos Rubio⁴
Silvana Campos⁴
José Carlos Nogueira Filho⁵

Resumo

Os compósitos formados por matrizes poliméricas e fibras vegetais surgiram na última década com um potencial bastante promissor para a indústria automobilística e aeronáutica, devido ao seu baixo custo, baixo peso específico e moderada resistência mecânica, além da sustentabilidade exibida pelas matérias-primas provenientes de fontes renováveis. Este trabalho tem por objetivo investigar o efeito da adição de fibras de sisal, anidrido maleico e micro partículas de sílica nas propriedades mecânicas de compósitos poliméricos reforçados por fibras unidirecionais de sisal. Um planejamento fatorial completo do tipo 2^23^1 foi utilizado na realização do experimento e análise de resultados. Os fatores e níveis experimentais investigados foram: fração volumétrica de fibras (30% e 50%), fração em massa de partículas de sílica (0%, 20% e 33%) e fração em massa de anidrido maleico (0% e 2%), esses dois últimos sobre a massa da matriz. As variáveis respostas analisadas foram: a resistência à tração e o módulo de elasticidade do compósito. Os fatores fração volumétrica de fibras, adição de sílica e a interação da adição de sílica e anidrido maleico exibiram efeito significativo na resistência à tração e módulo de elasticidade dos compósitos.

Palavras-chave: Compósitos; Fibras naturais; Sisal; Planejamento de experimentos.

MECHANICAL BEHAVIOR EVALUATION OF SISAL FIBRES REINFORCED WITH POLYMERIC COMPOSITES BY DESIGN OF EXPERIMENT (DOE)

Abstract

Composites manufactured of polymeric matrices and natural fibres appeared during the last decade with high potential for the aerospace and automotive industries, due to their low cost, low specific weight and moderate mechanical strength, beyond the sustainability provided by the natural raw materials involved. This work investigates the mechanical effect of sisal fibre, maleic anhydride and silica micro particles addition into polymeric composites. A full factorial design of 2^23^1 was used to carry out the experiments and the results analyses. The investigated experimental factors were: fraction of fibres (30% and 50%), weight content of silica particles (0%, 20% and 33%) and weight content of maleic anhydride (0% and 2%). The tensile strength and the modulus of elasticity of the composites were analyzed. The main factors fraction of fibres and silica addition as well as the interaction effect of silica and maleic anhydride addition affected significantly the tensile strength and the modulus of elasticity of the composites.

Key words: Composites; Natural fibers; Sisal; Design of experiments.

¹ Contribuição técnica ao 65° Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Mestrando em Engenharia Mecânica pela Universidade Federal de São João Del Rei

³ Professor do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de São João Del Rei

⁴ Professor do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas gerais

⁵ Graduando em Engenharia Mecânica pela Universidade Federal de São João Del Rei



1 INTRODUÇÃO

Os compósitos formados por matrizes poliméricas e fibras vegetais surgiram na última década com um grande potencial de aplicação, constituindo na atualidade, uma das maiores áreas de interesse na pesquisa de materiais compósitos. Segundo Silva,⁽¹⁾ este interesse surgiu com mais intensidade devido à busca crescente por materiais de baixo custo, provenientes de fontes renováveis de matérias-primas que não causem danos ao meio ambiente e possam competir com os materiais tradicionais.

Devido às novas exigências das autoridades legislativas quanto ao uso e destino final das fibras sintéticas e resinas derivadas do petróleo, os materiais compósitos naturais vêm sendo uma alternativa na busca de novos materiais. Além disso, o alto preço das fibras sintéticas e a maior conscientização dos próprios consumidores da necessidade de preservação do ambiente e de fontes naturais contribuem para o desenvolvimento de novas pesquisas nesta área.

A fibra de sisal é bastante promissora no desenvolvimento de materiais compósitos devido ao seu baixo custo, boas propriedades mecânicas e disponibilidade no mercado. Segundo Maldas e Kokta⁽²⁾ e Lyons e Mallik,⁽³⁾ um dos principais problemas na fabricação de compósitos polímero/fibra vegetal é a adesão da fibra com a matriz polimérica. A afinidade química entre a celulose e a matriz polimérica pode ser melhorada modificando a superfície da fibra ou o polímero, com o uso de vários elementos aditivos, como por exemplo, o anidrido maleico.

Mishra, Naik e Patil,⁽⁴⁾ Naik e Mishra,⁽⁵⁾ estudaram o efeito do tratamento superficial com anidrido maleico em fibras de sisal e bananeira. Foram avaliadas as propriedades mecânicas e a absorção de água de compósitos poliméricos fabricados com essas fibras. Os resultados mostraram que a absorção de água diminuiu significativamente com o tratamento químico. As propriedades mecânicas tais como módulo de elasticidade, dureza e resistência ao impacto aumentaram com a adição de anidrido maleico, mostrando sua capacidade como agente compatibilizador entre a fibra e a matriz.

A incorporação de polímeros modificados com anidrido maleico em compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras naturais tem sido estudada para melhorar a adesão interfacial melhorando as propriedades mecânicas do compósito, tais como nos trabalhos de Manchado et al.⁽⁶⁾, Sombatsompop, Yotinwattanakumtorn e Thongpin,⁽⁷⁾ Kim et al.⁽⁸⁾ e Soleimani et al.⁽⁹⁾

Há na literatura diversos trabalhos envolvendo a adição de partículas em compósitos poliméricos reforçado por fibras. Esses compósitos têm se tornado cada vez mais populares devido a melhoria das propriedades mecânicas alcançadas. Cao e Cameron⁽¹⁰⁾ estudaram a modificação da fibra de vidro com a adição de partículas de sílica avaliando a resistência ao impacto desses compósitos. O efeito significativo das partículas de sílica na resistência mecânica final dos compósitos foi obtido através de um pré-tensionamento das fibras durante o processo de cura.

Mahrholz, Stängle e Sinapius⁽¹¹⁾ avaliaram a adição de nano partículas de sílica em resina epóxi como uma nova matriz para a fabricação de compósitos laminados. A fração de sílica de 25% em massa apresentou resultados relevantes, melhorando as características da matriz e por sua vez aumentando o desempenho de compósitos estruturais reforçados por fibras.

Este trabalho tem por objetivo estudar o efeito da incorporação de fibras de sisal, de anidrido maleico e de micro partículas de sílica nas propriedades mecânicas de

compósitos poliméricos termorrígidos através de uma metodologia estatística baseada no planejamento fatorial de experimentos.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Os compósitos laminados de matriz polimérica em estudo são constituídos de uma fase matriz epóxi e uma fase dispersa de fibras naturais (Sisal). A matriz polimérica de resina epóxi foi fornecida pela empresa Resiqualy (São Paulo - SP) e a fase dispersa, fibras de sisal, foi fornecida pela empresa SisalSul (São Paulo - SP). As fibras de sisal foram extraídas, lavadas e penteadas pelo fabricante, estando ausentes de qualquer tratamento químico.

As variáveis respostas investigadas neste experimento foram duas: resistência à tração e módulo de elasticidade. O ensaio de resistência à tração seguiu as recomendações da norma British Standard 2747.⁽¹²⁾

Dentre os fatores analisados e possíveis de serem controlados, escolheram-se três: fração em volume da fase dispersa (30% e 50%), fração em massa, sobre a massa da matriz, de anidrido maleico (0 e 2%) e fração em massa de partículas de sílica (0, 20% e 33%), também sobre a massa da matriz. Os fatores mantidos constantes no experimento foram: tempo de mistura (5 minutos), tempo de cura (7 dias), temperatura de fabricação (~25°C) e tipo de matriz (resina epóxi). A elevada fração volumétrica de fibras utilizada foi escolhida devido ao elevado custo da fase matriz, o que torna interessante a utilização de maior quantidade de fibras no compósito, tornando o material mais econômico e sustentável. Além disso, laminações preliminares de compósitos com várias frações de reforço indicaram a fração de 50% como o limite máximo possível e a de 30% como o compósito com melhor acabamento superficial e menor quantidade de vazios. A Tabela 1 exibe os fatores e níveis experimentais investigados neste trabalho, estabelecendo um planejamento fatorial do tipo 2^23^1 , que fornece 12 combinações experimentais distintas.

Tabela 1. Condições experimentais, planejamento fatorial completo (2^23^1)

Condições Experimentais	Tipo de fibra	Fração Volumétrica	Aditivo químico	Adição de Sílica
C1	Sisal	30%	0	0
C2	Sisal	30%	2%	0
C3	Sisal	30%	0	20%
C4	Sisal	30%	2%	20%
C5	Sisal	30%	0	33%
C6	Sisal	30%	2%	33%
C7	Sisal	50%	0	0
C8	Sisal	50%	2%	0
C9	Sisal	50%	0	20%
C10	Sisal	50%	2%	20%
C11	Sisal	50%	0	33%
C12	Sisal	50%	2%	33%

O método de aleatorização foi adotado na etapa de preparação dos corpos-de-prova, como também na etapa de realização dos ensaios. Isto permitiu uma

ordenação arbitrária das condições experimentais, evitando que efeitos de fatores não-controlados afetassem as variáveis-respostas.⁽¹³⁾

Os corpos-de-prova foram fabricados através do processo de laminação manual. Uma estrutura de madeira foi utilizada para a tecelagem das fibras de sisal. A laminação foi realizada sobre uma placa de vidro coberta de tecido desmoldante (Armalon), promovendo um bom acabamento superficial do laminado. A matriz foi espalhada com o auxílio de uma espátula e de um rolo desaerador.

Após um período mínimo de 24 horas, a placa laminada foi desmoldada e cortada em tiras de 1 mm de largura. Conforme norma BS 2747,⁽¹²⁾ uma proteção de fibra de vidro foi colada nas extremidades dos corpos de prova, evitando a danificação do mesmo nesta região (Figura 1).

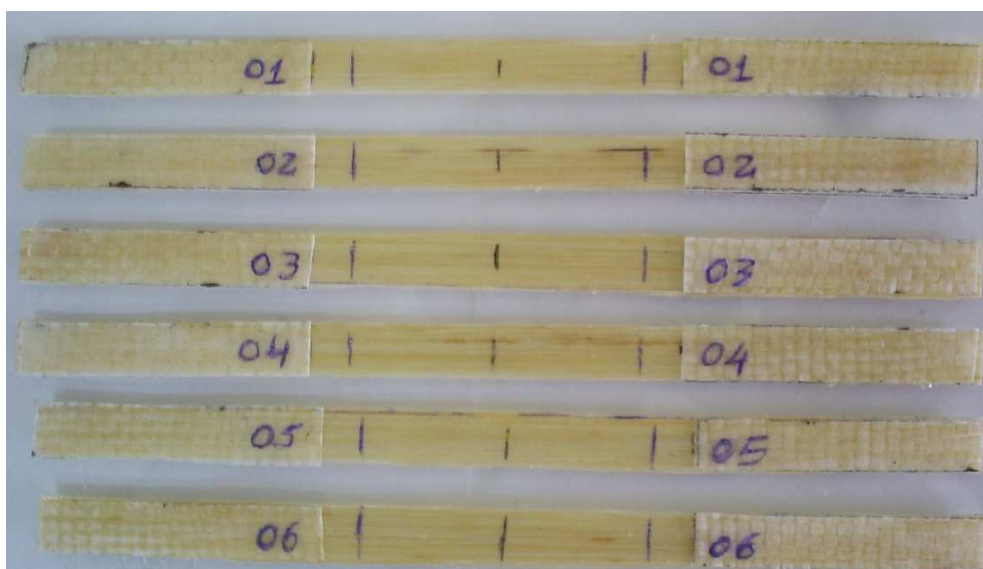


Figura 1. Corpos de prova de tração.

Seis corpos-de-prova foram fabricados para cada condição experimental. Considerando a adoção de duas réplicas e 12 condições experimentais, 144 corpos-de-prova foram preparados. A réplica consiste na repetição da condição experimental, proporcionando a estimativa do erro experimental de uma resposta individual. A extensão desse erro é importante na decisão se existem ou não efeitos significativos que possam atribuir à ação dos fatores.⁽¹³⁾ O software estatístico Minitab versão 14 foi utilizado para o tratamento dos dados utilizando a ferramenta Design of Experiment (DOE) e Análise de variância (ANOVA).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 2 apresenta os resultados da Análise de Variância (ANOVA) para as médias das variáveis respostas investigadas. Os fatores relacionados a P-valor menor ou igual a 0,05 (95% de confiabilidade) são considerados significativos. O efeito principal de um fator deve ser interpretado individualmente apenas se não há evidência de que o fator não interage com outros fatores. Segundo Werkema e Aguiar,⁽¹³⁾ quando um ou mais efeitos de interação de ordem superior são significativos, os fatores que interagem devem ser considerados conjuntamente. Os P-valores sublinhados na Tabela 2 correspondem aos fatores significativos analisados neste trabalho.

O valor de R^2 adjunto exibido na ANOVA mede a proporção da variabilidade preditoras presentes na equação de regressão. Quanto mais próximo de 1 (ou de 100%) melhor a qualidade da equação ajustada aos dados, de acordo com Werkema e Aguiar.⁽¹³⁾

Os resultados obtidos na ANOVA são mostrados nos gráficos de “efeitos principais” e de “interações”. Os gráficos de “efeitos principais” são usados para comparar as variações no nível da média, investigando quais fatores possuem efeito significativo sobre a variável-resposta. Gráficos de interações são usados para visualização do efeito de interação de dois ou mais fatores experimentais sobre a variável resposta e comparar a significância relativa entre os efeitos.

Tabela 2. Análise de variância (ANOVA)

ANOVA		P-valor $\leq 0,05$	
	Fatores experimentais	Resistência à tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Fatores Principais	Fração de fibras	<u>0,000</u>	<u>0,002</u>
	Adição de Sílica	<u>0,005</u>	<u>0,011</u>
	Anidrido maleico	0,354	0,477
Interação de Fatores	Fração de fibras*Adição de Sílica	0,187	0,168
	Fração de Fibras* Anidrido Maleico	0,094	0,280
	Adição de Sílica* Anidrido Maleico	<u>0,001</u>	<u>0,022</u>
	Fração de fibras*Adição de Sílica* Anidrido Maleico	0,418	0,381
	R^2 (adjunto)	89,08%	80,24%

3.1 Resistência à Tração

Os valores de resistência à tração dos compósitos variam de 104,68 MPa a 170,50 MPa. A fração volumétrica de fibras e a adição de sílica foram significativas, exibindo P-valores de 0,000 e 0,005; respectivamente (ver tabela 2). A interação entre os fatores adição de sílica e adição de anidrido maleico também foi significativa, apresentando (Tabela 2) P-valor de 0,001.

A Figura 2 exibe o gráfico de resíduos de probabilidade normal para a resistência à tração dos compósitos. Os pontos distribuídos ao longo da reta atendem as condições de normalidade exigidas para validação do modelo da ANOVA.

A Figura 3 exibe o gráfico do efeito principal fração volumétrica de fibras sobre a resistência à tração dos compósitos. Observou-se um aumento da resistência à tração para os compósitos fabricados com 30% de fibras. Isto pode ser atribuído a facilidade de molhamento das fibras, evitando a presença de bolhas na matriz polimérica. A redução percentual média da resistência mecânica de 20,6% foi observada entre os níveis de fração de fibra de sisal (30% e 50%).

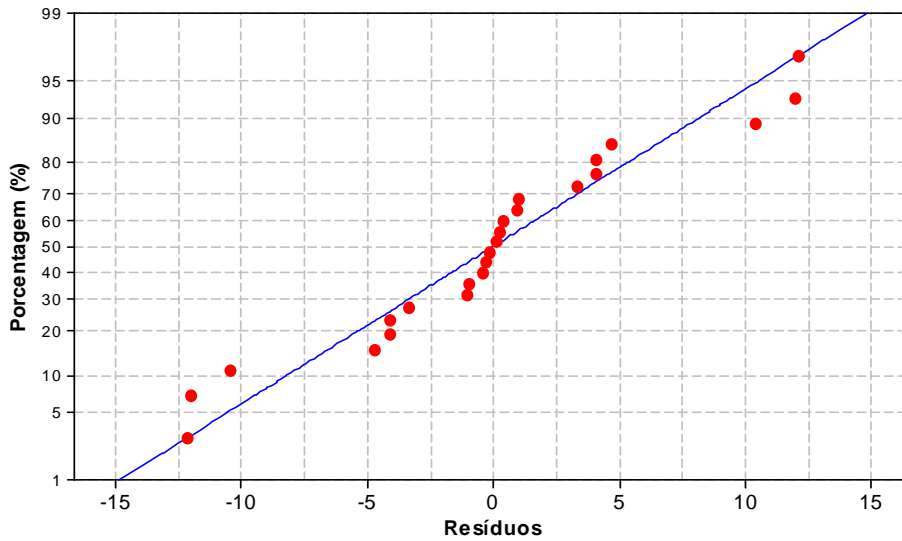


Figura 2. Gráficos de resíduos para a resistência a tração dos compósitos.

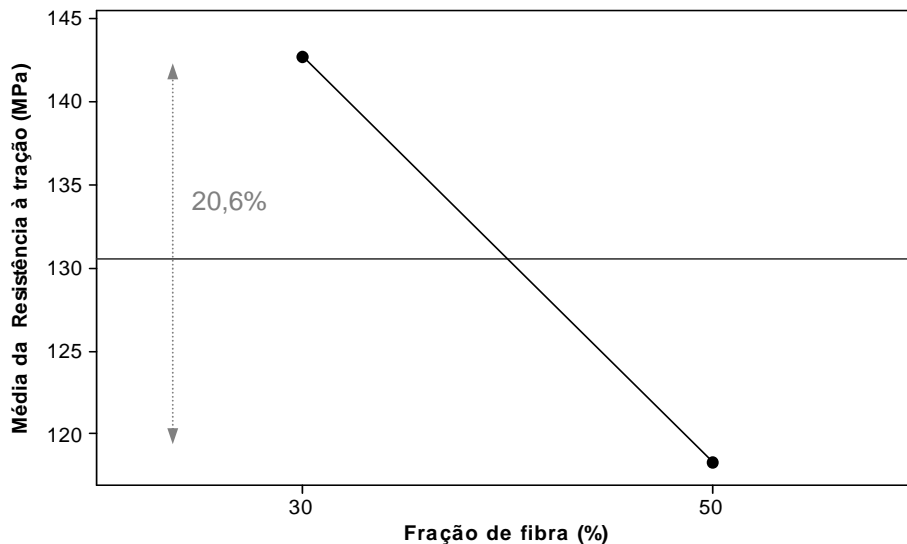


Figura 3. Efeito da fração volumétrica de fibras sobre a média da resistência à tração dos compósitos.

A Figura 4 exibe o gráfico de interação dos fatores significativos para a variável-resposta resistência à tração dos compósitos. Nota-se que a adição de anidrido maleico na resina epóxi diminuiu a resistência dos compósitos, assim como a adição de sílica. Para o nível de anidrido maleico de 2% e de sílica na matriz 20% verificou-se o aumento da resistência mecânica dos compósitos. Este comportamento indica uma possível reação entre as partículas de sílica e o aditivo químico, melhorando a interface particulado/matriz aumentando a resistência do compósito. Estes resultados indicam que a adição de anidrido maleico e partículas reforçadoras de sílica não promovem o aumento da resistência mecânica à tração. Entretanto, estes fatores devem apresentar efeito significativo sob carregamento de compressão, devido a maior resistência da partícula e maior adesão promovida entre partícula/matriz. Ensaio de flexão em três pontos serão realizados futuramente a fim de investigar este comportamento mecânico dos compósitos.

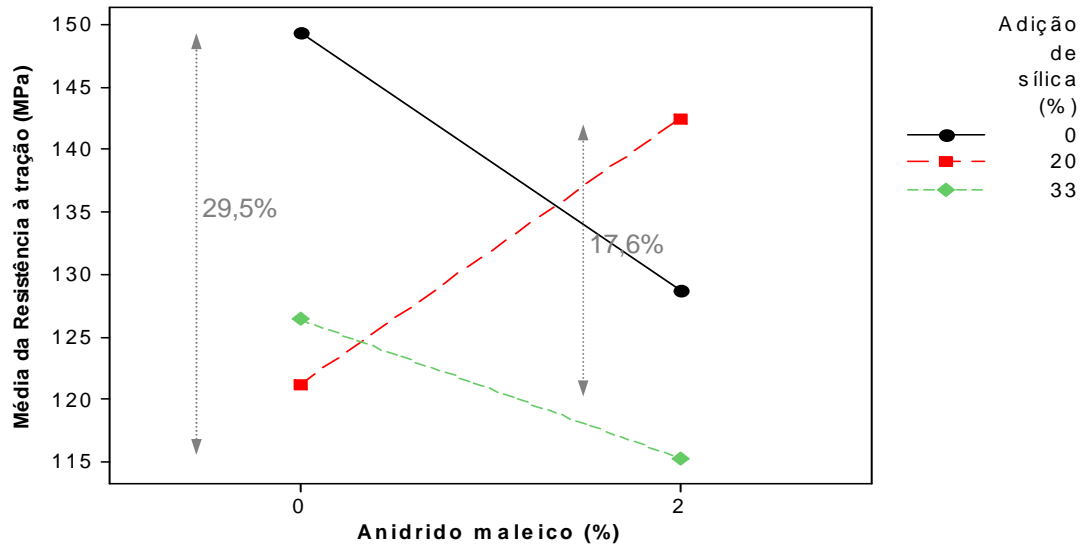


Figura 4. Efeito da interação adição de sílica e adição de anidrido maleico sobre a média da resistência à tração dos compósitos.

3.2 Módulo de Elasticidade

Os valores do módulo de elasticidade dos compósitos variam de 4,53GPa a 6,21GPa. Assim como para a resistência à tração, os fatores fração de fibras, adição de sílica e a interação adição de sílica e anidrido maleico foram significativos apresentando (Tabela 2) P-valores de 0,002; 0,011 e 0,022; respectivamente. O gráfico de resíduos de probabilidade normal exibido na Figura 5, para o módulo de elasticidade, está de acordo com as exigências de normalidade validando o planejamento fatorial realizado.

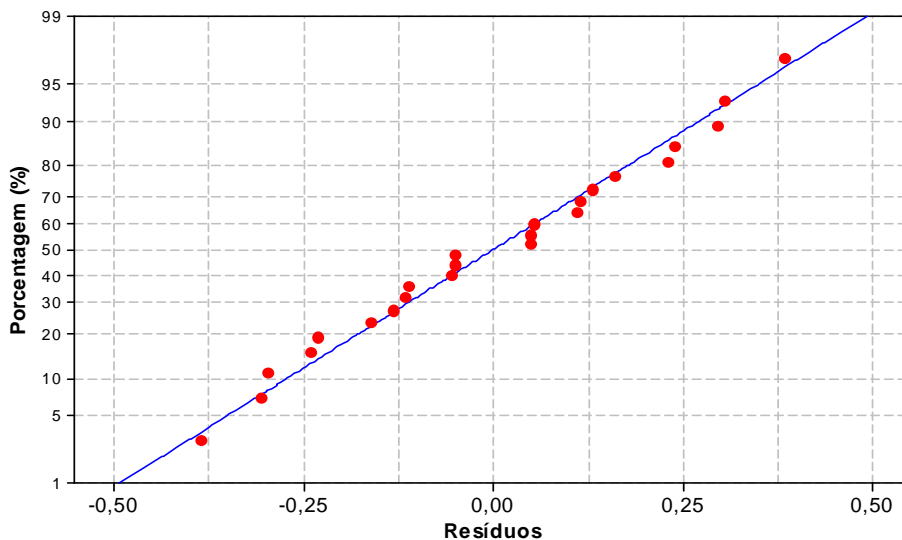


Figura 5. Gráficos de resíduos para o módulo de elasticidade dos compósitos.

A Figura 6 exibe o efeito do fator principal fração de fibras sobre o módulo de elasticidade. A redução percentual de 9,4% do módulo de elasticidade do nível de fração de fibra de 30% para 50% foi observada. Este mesmo comportamento foi exibido para a resistência a tração (Figura 3), podendo ser justificado pelo limite

mínimo de matriz no compósito, responsável pelo molhamento e distribuição das tensões ao longo do material.

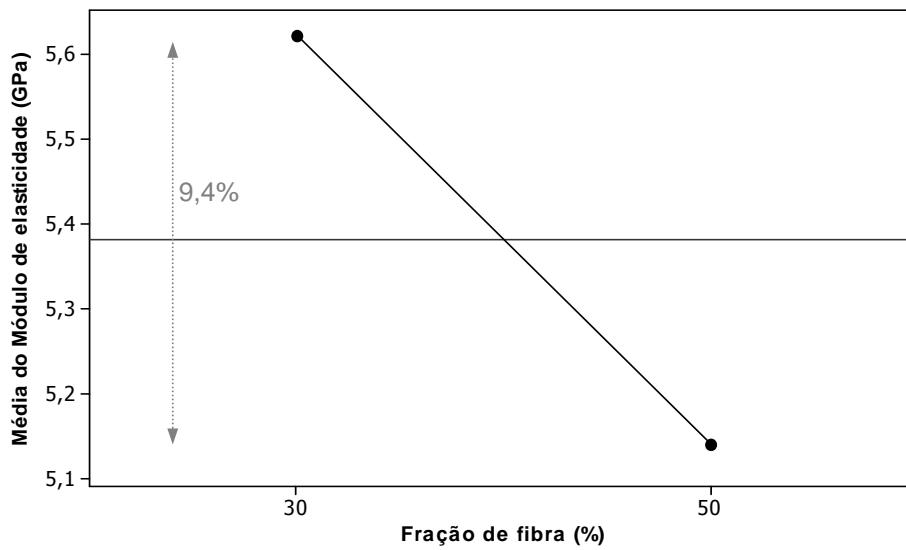


Figura 6. Efeito da fração volumétrica de fibras sobre a média do módulo de elasticidade dos compósitos.

A Figura 7 mostra o gráfico de interação dos fatores significativos para o módulo de elasticidade dos compósitos. Nota-se que a presença de sílica e de anidrido maleico no compósito, contribui negativamente para o aumento da rigidez do mesmo. Contudo, a combinação de 20% de sílica e 2% do aditivo químico anidrido exibiu um aumento do módulo de elasticidade dos compósitos. No entanto, observou-se que o maior módulo de elasticidade do material foi obtido com a ausência de sílica e de anidrido maleico. O efeito dos fatores “adição de sílica e anidrido maleico” deve ser relevante sob esforços de compressão que poderão ser verificados através de um ensaio de flexão em três pontos, considerando que a parte superior da viga é submetida a tensões compressivas e a parte inferior a tensões de tração.

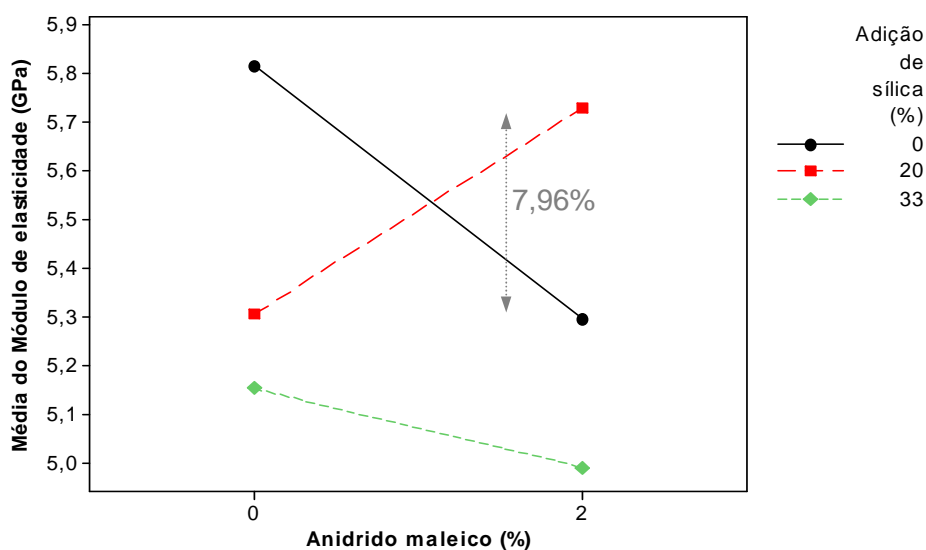


Figura 7. Efeito da interação adição de sílica e adição de anidrido maleico sobre a média do módulo de elasticidade dos compósitos.

5 CONCLUSÃO

Os resultados experimentais revelaram que o fator fração volumétrica de fibras apresentou efeito significativo em ambas as propriedades avaliadas, apresentando maior módulo de elasticidade e resistência mecânica para os compósitos com menor percentual de fibras de sisal (30%). A adição de partículas de sílica e anidrido maleico na matriz epóxi não apresentou efeito positivo nas propriedades de resistência à tração e módulo de elasticidade dos compósitos fabricados com fibras de sisal. Contudo, a interação entre esses dois fatores exibe propriedades mecânicas equivalentes a dos compósitos fabricados com resina epóxi pura e 30% de fibras.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer a Capes pela concessão de bolsa de mestrado, às empresas, Resiqualy e Sisal Sul, pelo fornecimento da resina epóxi e das fibras de sisal, respectivamente; ao laboratório de usinagem do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais por permitir a execução do ensaio de tração.

REFERÊNCIAS

- 1 SILVA, R. V. Compósito de resina poliuretana derivada de óleo de mamona e fibras vegetais. 2003, 139p. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos.
- 2 MALDAS, D.; KOKTA, B. V., 1990, Influence of polar monomers on the performance of wood fiber reinforced polystyrene composites. I. Evaluation of critical conditions. *International Journal of Polymeric Materials*, vol. 14, pp. 165-189.
- 3 LYONS, J. S.; AHMED, M. R., 2005, Factors Affecting the Bond Between Polymer Composites and Wood, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 24, pp. 404-405.
- 4 MISHRA S.; NAIK, J. B.; PATIL, Y. P. The compatibilising effect of maleic anhydride on swelling and mechanical properties of plant-fiber-reinforced novolac composites. *Composites Science and Technology*, v. 60, 1729-1735, 2000.
- 5 NAIK, J. B.; MISHRA S. Esterification Effect of Maleic Anhydride on Swelling Properties of Natural Fiber/High Density Polyethylene Composites. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 106, 2571–2574, 2007.
- 6 LÓPEZ MANCHADO, M. A.; ARROYO, M.; BIAGIOTTI, J.; KENNY J. M. Enhancement of mechanical properties and interfacial adhesion of PP/EPDM/Flax fiber composites using maleic anhydride as a compatibilizer. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 90, 2170–2178 2003.
- 7 SOMBATSOMPOP, N.; YOTINWATTANAKUMTORN, C.; THONGPIN C. Influence of type and concentration of maleic anhydride grafted polypropylene and impact modifiers on mechanical properties of PP/Wood sawdust composites. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 97, 475–484, 2005.
- 8 KIM, S.; MOON, J.; KIM, G.; HA, S. Mechanical properties of polypropylene/natural fiber composites: Comparison of wood fiber and cotton fiber. *Polymer Testing*, v. 27, 801–806, 2008.
- 9 SOLEIMANI, M.; TABIL, L.; PANIGRAHI, S.; OPOKU, A. The effect of fiber pretreatment and compatibilizer on mechanical and physical properties of flax fiber-polypropylene composites. *Journal of Polymers and the Environment*, v.16, 74–82, 2008.
- 10 CAO, Y.; CAMERON, J. Impact properties of silica particle modified glass fiber reinforced epoxy composite. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, v. 25, n. 7, 2006.

- 11 MAHRHOLZ, T.; STÄNGLE, J.; SINAPIUS, M. Quantitation of the reinforcement effect of silica nanoparticles in epoxy resins used in liquid composite moulding processes. *Composites: Part A*, v. 40, 235–243, 2009.
- 12 BRITISH STANDARD BS2747. Glass fibre reinforced plastics, tensile test, 1998.
- 13 WERKEMA, M. C. C.; AGUIAR, S. Planejamento e análise de experimentos: como identificar e avaliar as principais variáveis influentes em um processo, Belo Horizonte: Fundação Christiano Ottoni, Escola de Engenharia da UFMG 1996.