



ENSAIOS DE IMPACTO IZOD DE COMPÓSITOS COM MATRIZ EPÓXI REFORÇADAS COM FIBRAS CONTINUAS DE RAMI¹

Frederico Muylaert Margem²
Jarbas Bravo Neto³
Sergio Neves Monteiro⁴

Resumo

Fibras de rami (*Boehmeria nivea*) estão entre as lignocelulósicas naturais com grande potencial para utilização em compósitos poliméricos. O presente trabalho avalia a resistência ao impacto deste tipo de compósito com matriz epoxídica reforçada com diferentes percentuais de fibras de rami. As fibras foram embutidas sob pressão em mistura com resina epóxi DGEBA/TETA curada à temperatura ambiente por 24 horas. Os corpos de prova normalizados foram confeccionados com percentuais de até 30% em volume de fibras de rami alinhadas ao longo de todo o comprimento, estes corpos de prova foram então ensaiados em pêndulo de impacto Izod e as superfícies de fratura analisadas por microscopia eletrônica de varredura, MEV. A resistência ao impacto aumentou substancialmente com a quantidade relativa de fibra de rami reforçando o compósito. Este desempenho foi associado à dificuldade de ruptura imposta pelas fibras bem como ao tipo de trincas resultantes da interação fibra de rami/matriz epoxídica que ajuda a absorver a energia do impacto.

Palavras-chave: Fibra de rami; Ensaios de Izod; Compósito epoxídicos; Fractografia por MEV.

IZOD IMPACT TESTS OF EPOXY MATRIX COMPOSITES REINFORCED WITH CONTINUOUS RAMIE FIBERS

Abstract

Ramie fibers (*Boehmeria nivea*) are among the lignocellulosic natural with great potential for use in polymer composites. This study evaluates the impact resistance of this type of epoxy matrix composite reinforced with different percentages of ramie fiber. The fibers were embedded under pressure mixed with DGEBA / TETA epoxy resin cured at room temperature for 24 hours. Standard samples were prepared up to 30% by volume of ramie fibers aligned along its entire length, these specimens were then tested in Izod pendulum impact and the fracture surfaces examined by scanning electron microscopy, SEM. The impact resistance increased substantially with the relative amount of ramie fiber reinforcing the composite. This performance was associated with the rupture difficulty imposed by the fibers and by the type of cracks resulting from the interaction of ramie fiber / epoxy matrix that help absorb impact energy.

Key words: Ramie fiber; Izod test; Epoxy composite; SEM fractograph.

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

² Doutor do LAMAV- CCT/UENF. fmargem@bol.com.br.

³ Graduando, LAMAV – CCT/UENF.

⁴ PhD, Professor Titular, 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.



1 INTRODUÇÃO

A atual tendência da nossa sociedade aponta cada vez mais para a busca de materiais ecologicamente corretos e que possam contribuir com menores emissões de CO₂, o principal causador do efeito estufa. Seguindo este paradigma, pesquisadores têm demonstrado interesse na reciclagem de materiais, no uso de resíduos e no emprego de materiais naturais.

Fibras naturais, tanto de origem animal, quanto de origem vegetal lignocelulósicas são consideradas como ambientalmente amigáveis em comparação com as fibras sintéticas tais como as de náilon, vidro e carbono. Por esta razão, compósitos reforçados com fibras naturais, sobretudo as lignocelulósicas facilmente cultivadas, têm sido objeto de crescente interesse tanto para investigações científicas quanto para desenvolvimento tecnológico.

Um trabalho de revisão sobre estes compósitos foi publicado ao final da última década por Bledzki e Gassan.⁽¹⁾ Desde então, centenas de outras publicações foram dedicadas a compósitos reforçados com fibras regularmente cultivadas como a juta,^(2,3) o linho,^(4,5) o sisal,^(6,7) a madeira,^(8,9) o coco^(10,11) e até mesmo fibra de bananeira^(12,13) como exemplos entre muitas outras.

Existe, por outro lado, um grupo pouco conhecido de fibras lignocelulósicas, que também apresentam um grande potencial para uso em compósitos. Algumas destas fibras são típicas de regiões tropicais e, assim, de interesse comercial para países asiáticos, africanos e latino-americanos. No Brasil, exemplos dessas fibras para reforço de compósitos poliméricos são o rami,⁽¹⁴⁾ a bucha,^(14,15) a piaçava^(14,16) e o curauá.^(14,17) No caso da fibra de rami, além de outras características como a cristalinidade⁽¹⁸⁾ uma das suas vantagens é a elevada resistência à tração, que pode alcançar 870 MPa,⁽¹⁴⁾ superior até a das fibras de sisal e juta.^(2,7,14) Potencialmente, compósitos com fibras de rami poderiam ser usados para fabricar componentes estruturais com desempenho compatível com os de outras fibras lignocelulósicas.

Estas aplicações exigem que sejam conhecidas as propriedades mecânicas do compósito, em especial sua tenacidade, de importância tanto no processamento quanto no uso de componentes fabricados com esse tipo de material. Assim o objetivo deste trabalho foi avaliar a tenacidade ao entalhe, através de medidas de energia de impacto Izod, de compósitos de matriz epóxi reforçadas com fibras longas e alinhadas de rami. A fratura dos corpos de prova foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para investigar os possíveis mecanismos causadores da ruptura do material.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As fibras utilizadas neste trabalho são provenientes do caule da planta de rami (*Boehmeria nivea*). Essas fibras foram adquiridas da firma paulista Sisalsul Indústria de Fibras, sendo o produto cultivado no sul do Estado do São Paulo. A análise estatística do lote recebido, efetuada aleatoriamente em 100 fibras, mostrou as distribuições de comprimento e diâmetro na Figura 1. Destas distribuições obteve-se o comprimento médio de 155 mm e o diâmetro médio de 0,096 mm.

Assim que recebidas, as fibras foram separadas, limpas e secas a temperatura ambiente. Seguiu-se o processo de mistura das fibras em quantidades de 0%, 10%, 20% e 30% em volume com resina epóxi comercial do tipo éter diglicidílico do bisfenol A (DGEBA) endurecida com trietileno tetramina (TETA) na proporção estequiométrica de 13 partes de endurecedor para 100 partes de resina.

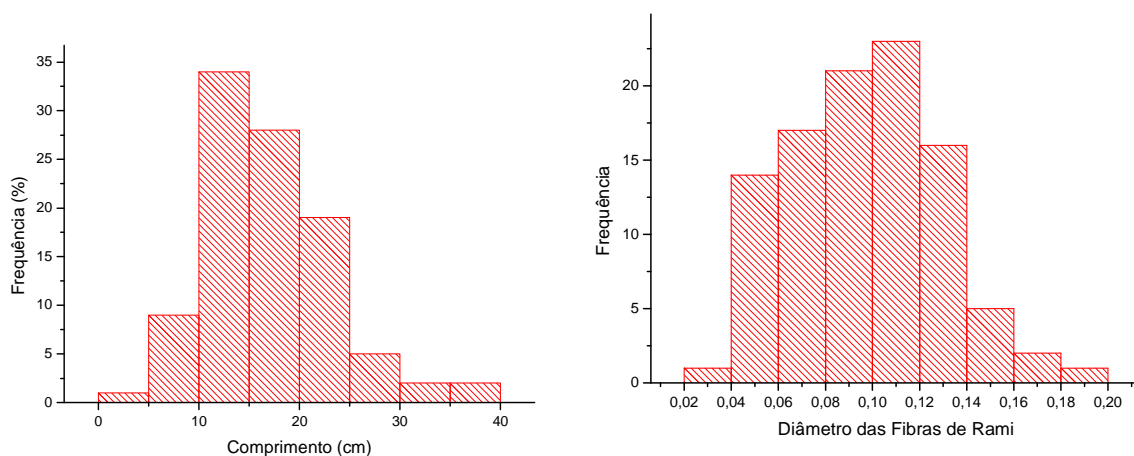


Figura 1. Distribuição do comprimento e do diâmetro da fibra de rami.

Foram então preparadas placas de compósitos com 10 mm de espessura, em molde retangular de aço, com dimensões de 152 x 125 mm. As fibras foram mantidas alinhadas ao longo da dimensão de 125 mm. Amostras de cada compósito foram então cortadas, segundo a direção de alinhamento das fibras, em barras medindo 125 x 12,7 x 5 mm que serviram como base para confecção de corpos de prova de ensaio de impacto Izod, de acordo com a norma ASTM D256.⁽¹⁹⁾

Para a confecção do entalhe com 2,54 mm de profundidade, ângulo de 45° e raio de curvatura de 0,25 mm no fundo do entalhe, utilizou-se uma fresa alemã em aço rápido atendendo à norma DIN 847. Os corpos de prova foram ensaiados em um pêndulo da marca EMIC, em configuração Izod, pertencente ao Instituto de Xistoquímica da UFRJ. A energia de impacto foi obtida em martelos com potência de 2,7 J, para compósitos de epóxi pura, isto é, 0% de fibra, bem como 10% e 20% de fibra. O martelo de 5,4 J e de 10,8 J foram usados para compósitos com 30% de fibra.

A superfície de fratura dos corpos de prova, após o ensaio de impacto, foi analisada por microscopia eletrônica de varredura, MEV, em um equipamento Jeol, modelo JSM-6460 LV do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, PEMM/COPPE/UFRJ. Amostras cortadas da região de fratura foram metalizadas com ouro e observadas com elétrons secundários acelerados a 15 kV.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos nos ensaios de impacto Izod dos compósitos de matriz epoxídica reforçados com diferentes frações volumétricas de fibras de rami estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Energia de impacto Izod para compósitos epoxídicos reforçados com fibras de rami

Fração volumétrica da fibras de rami (%)	Energia de impacto Izod (J/m)
0%	39 ± 12,74
10%	144,4 ± 28.19
20%	235.06 ± 28,75
30%	353,38 ± 46,29

A partir dos dados da Tabela 1 construiu-se a curva de variação da energia absorvida no impacto Izod em função do volume relativo de fibras de rami na matriz epoxídica mostrada na Figura 2.

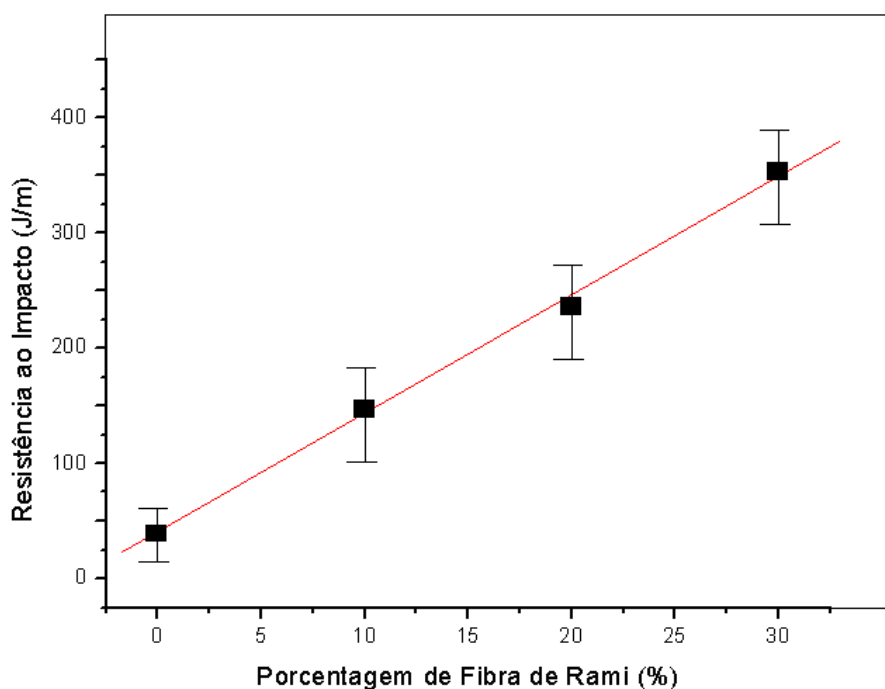


Figura 2. Variação da energia de impacto Izod de compósitos epoxídicos com fração em volume de fibras de Rami.

Nesta figura observa-se o aumento marcante na energia de impacto Izod com a fração volumétrica de fibras de rami. Também é importante notar que os pontos referentes aos compósitos possuem barras de erro, referentes ao desvio padrão, relativamente grandes. Isto se deve à natureza heterogênea das fibras naturais, o que acarreta substancial dispersão nas propriedades dos compósitos por elas reforçados.⁽²⁰⁾

Mesmo considerando as barras de erro, é possível interpretar o aumento da energia de impacto, isto é, da tenacidade dos compósitos na Figura 2, como variando de forma linear com a fração volumétrica de fibras de rami. Uma linha reta passando pela média dos pontos demonstra este crescimento. A interpretação matemática para este crescimento corresponde, preliminarmente, a equação:

$$E_e = 10,48F + 19 \quad (1)$$

Onde E_e é a energia absorvida pelo compósito com matriz epoxídica no impacto Izod em J/m e F a fração volumétrica de fibras de rami em percentagem.

Fica clara então a natureza de reforço menos eficaz deste compósito, já que quando comparada com reforço de fibras de rami em matriz poliéster, ensaiado em impacto Izod o resultado então atingido alcança valores muito mais elevados pra resistência ao impacto⁽²¹⁾. Entre o desempenho do compósito com matriz poliéster do trabalho anterior⁽²¹⁾ existem, entretanto, algumas semelhanças.

Em qualquer dos casos, matriz de poliéster⁽²¹⁾ ou de epóxi do presente trabalho, o reforço com fibras de rami aumenta consideravelmente a resistência do compósito. Na realidade como mostrado na Tabela 2, utilizando-se fibras longas e

alinhas para os compósitos de rami obtêm-se tenacidades ao impacto relativamente superiores a compósitos reforçados com outras fibras lignocelulósicas.

Tabela 2. Valores de tenacidade ao impacto de compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas

Compósitos com 30% de fibras	Tipo de Impacto	Tenacidade ao Impacto(J/m)	Referência
rami/epóxi	Izod	353,38	Neste trabalho
rami/poliéster	Charpy	1004,8	(20)
coco/poliéster	Charpy	241,2	(22)
coco/epóxi	Charpy	174,7	(22)
curauá/poliéster	Charpy	169,7	(23)
curauá/epóxi	Charpy	103,2	(23)

Outro aspecto importante de ser comentado é a característica macroscópica da ruptura dos corpos de prova após o ensaio. A Figura 3 ilustra o aspecto típico da ruptura dos corpos de prova de compósitos de epóxi com diferentes frações incorporadas de fibras de rami. Nesta figura está mostrado que os corpos de prova com 20% e 30% de fibras de rami, ou seja, aquele com maior tenacidade, não foram separados em duas partes após o impacto. Na verdade, para alguns destes corpos de prova o impacto do martelo Izod não provocou ruptura transversal à sua maior dimensão, isto é, à direção de alinhamento das fibras.

Isto indica que a trinca nucleada no entalhe, propaga-se no início transversalmente pela frágil matriz epoxídica. Até 10% de fibras de rami a trinca procede pela matriz até total ruptura. Entretanto com 20% e 30% de rami, a trinca é bloqueada pelas fibras e a ruptura passa a ocorrer longitudinalmente pela interface fibra/matriz. O corpo de prova então se curva em torno da cabeça do martelo, mas não se separa devido à flexibilidade das fibras que não são rompidas. Pelo fato de não ocorrer ruptura total, Fig. 3, para o corpo de prova com 20% e 30% de fibra subestima-se a tenacidade do compósito. Caso todas as fibras fossem rompidas, levando o corpo de prova a separar-se em duas partes a energia absorvida seria ainda maior.

A razão para se ter uma trinca nucleada no entalhe, mudando sua trajetória ao atingir as fibras de rami, e passando a se propagar pela interface com a matriz é devido à baixa resistência interfacial. Isto é consequência da incompatibilidade causada pelo fato das fibras lignocelulósicas serem hidrofílicas enquanto a matriz polimérica é hidrofóbica.⁽¹⁾

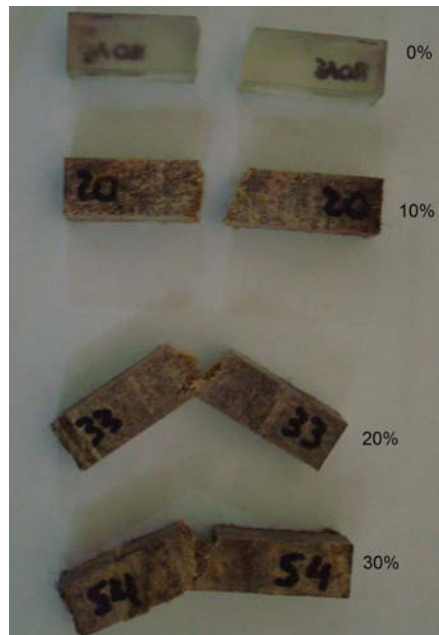


Figura 3. Corpos de prova típicos de compósitos de matriz epóxi com diferentes frações volumétricas de fibra de rami, rompidos por impacto Izod.

Observações por MEV nas Figuras 4 e 5 permitem ter-se melhor compreensão do mecanismo responsável pelo aumento expressivo, demonstrado na Figura 2, da tenacidade dos compósitos epoxídicos com a quantidade de fibra de rami. Inicialmente, a Figura 4 apresenta a superfície de fratura do corpo de prova de epóxi pura (0% de fibra). Com pequeno aumento (Figura 4a), observa-se logo abaixo do entalhe, uma superfície aparentemente lisa, correspondente à fratura transversal através da frágil da resina epóxi. Esta figura sugere que uma única trinca propagou-se rompendo o corpo de prova. Com maior aumento (Figura 4b), tem-se as marcas características da superfície rompida pela passagem de uma única trinca através de pequenos defeitos na estrutura da epóxi, como bolhas de ar introduzidas na fabricação do corpo de prova.

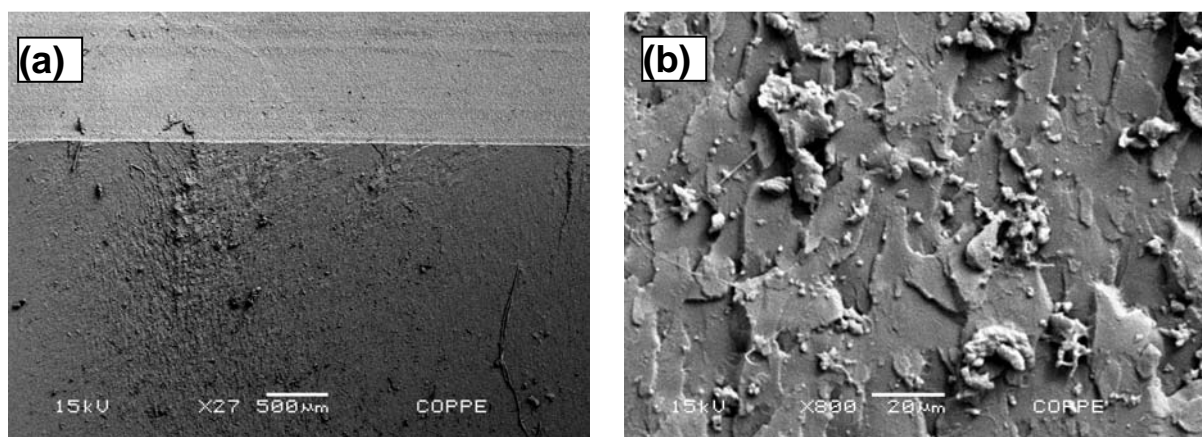


Figura 4 – Superfície de fratura do corpo de prova de epóxi pura (0% de fibra de rami): (a) Vista geral com baixo aumento e (b) detalhes com maior aumento

Como exemplo para um compósito, a Figura 5 apresenta a superfície de fratura de um corpo de prova com 30% de fibras de rami na matriz epoxídica. Com baixo aumento (Figura 5a), observa-se, na parte superior, a faixa horizontal do entalhe com evidências das fibras seccionadas pela fresa. Na parte inferior, a fratura

por impacto mostra sinais de adesão entre as fibras de rami e a matriz epoxídica. Algumas fibras, entretanto, estão descoladas da matriz e outras foram rompidas no impacto. Nota-se uma tendência da ruptura ter ocorrido longitudinalmente através da interface fibra/matriz. Com maior aumento (Figura 5b), são mostrados detalhes desta ruptura longitudinal onde a área de fratura está associada à longa superfície das próprias fibras embutidas na resina epóxi.

Este comportamento corrobora o mecanismo de ruptura por trincas que, devido à baixa tensão de cisalhamento interfacial, propagam-se preferencialmente entre a superfície das fibras de rami e a matriz epoxídica.⁽²²⁾ Isto resulta em uma área longitudinal de fratura relativamente grande se comparada à fratura transversal dos corpos de prova com até 10% de fibra de rami (Figura 3). Em consequência tem-se maior energia de impacto para romper uma área comparativamente maior como indicado por Yue, Looi e Quek⁽²²⁾ Resultados similares foram encontrados em compósitos de matriz poliéster reforçadas com fibra de rami.⁽²¹⁾ Isto indica que a fibra de rami, além de resistente, proporciona elevada tenacidade às matrizes poliméricas por ela reforçadas.

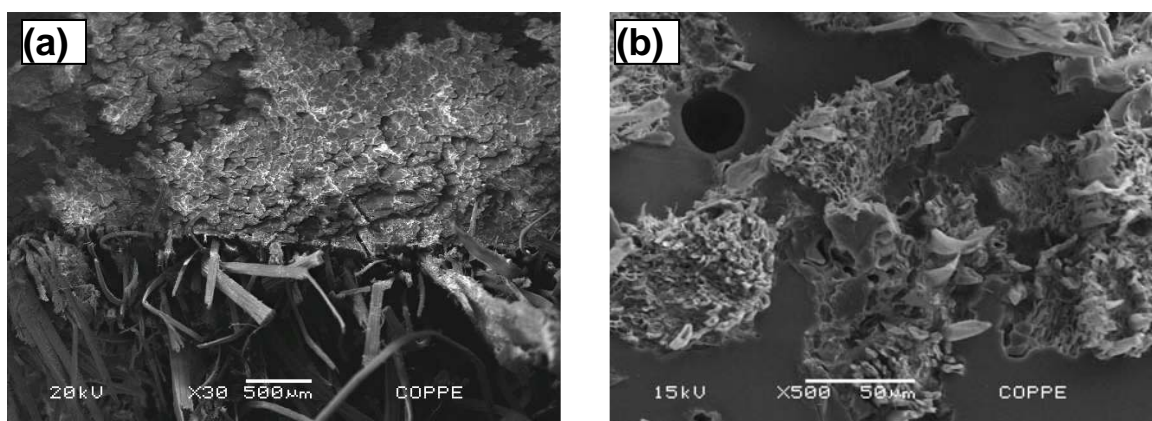


Figura 5. Superfície de fratura do corpo de prova do compósito epoxídico com 30% de fibras de rami (a) Vista geral com baixo aumento; (b) detalhes com maior aumento.

4 CONCLUSÕES

Compósitos com matriz epoxídica reforçada com fibras alinhadas e contínuas de rami apresentam um aumento substancial na tenacidade, medida por impacto Izod, em função da fração volumétrica das fibras.

Este aumento em tenacidade é aparentemente devido à baixa tensão cisalhante na interface entre as fibras de rami e a matriz epoxídica. Isto resulta em uma alta energia absorvida em consequência da propagação longitudinal de trincas através da interface, o que gera uma área de fratura relativamente grande se comparada à simples fratura transversal.

Frações volumétricas superiores a 10% estão associadas à fratura incompleta de corpos de prova devido à flexibilidade das fibras de rami que mesmo com o impacto curvam-se, mas não se rompem.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CNPq, CAPES e FENORTE/TECNORTE. É também motivo de agradecimento a permissão para uso do equipamento Izod por parte da Prof^a Regina Sandra Veiga Nascimento, do Instituto de Química da UFRJ,

bem como do MEV pelo Prof. Luiz Henrique de Almeida, do PEMM/COPPE/UFRJ.

REFERÊNCIAS

- 1 BLEDZKI, A.K.; GASSAN, J. Composites Reinforced with Cellulose-Based Fibres. *Prog. Polym. Sci.*, v. 24, p. 221-274, 1999.
- 2 KUMAR, A.P.; SINGH, R.P.; SARWADE, B.D. Degradability of composites prepared from ethylene-polypropylene copolymer and jute fiber under accelerated aging and biotic environments. *Mater. Chem. and Phys.*, v. 92, p. 458-469, 2005.
- 3 DOAN, T.-T.-L.; GAO, S.-L.; MÄDER, E. Jute/polypropylene composites. I. Effect of matrix modification. *Compos. Sci. Technol.*, v. 66, p. 952-963, 2006.
- 4 CANTERO, G.; ARBELAIZ, A.; LHANO-PONTE, R.; MONDRAGON, I. Effects of fiber treatment on wettability and mechanical behaviour of flax/polypropylene composite. *Compos. Sci. Technol.*, v. 63, p. 1247-1254, 2003.
- 5 VAN DE WEYENBERG, I.; IVENS, J.; DE COSTER, A.; KINO, B.; BATENS, E.; VERPOEST, I. Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites. *Compos. Sci. Technol.*, v. 63, p. 1241-1246, 2003.
- 6 JOSEPH, P.V.; JOSEPH, K.; THOMAS, S. Short sisal fiber reinforced polypropylene composites: the role of interface modification on ultimate properties. *Compos. Interf.*, v. 92, n. 2, p. 171-205, 2002.
- 7 FUNG, K.L.; LI, R.K.Y.; TJONG, S.C. Interface modification on the properties of sisal fiber-reinforced polypropylene composites. *J. Appl. Polym. Sci.*, v. 85, p. 169-176, 2002.
- 8 ALBANO, C.; ICHAZO, M.; GONZALEZ, J.; DELGADO, M.; PALEO, R. Effects of filler treatments on the mechanical and morphological behavior of PP + wood flour and PP + sisal fiber. *Mater. Research Innovat.*, v. 4, p. 284-293, 2001.
- 9 CHUAI, C.; ALMDAL, K.; POULSEN, L.; PLACKETT, D. Conifer fibers as reinforcing materials for polypropylene-based composites. *J. Appl. Polym. Sci.*, v.80, p. 2833-2841, 2001.
- 10 ROUT, J.; TRIPATHY, S.S.; MISHRA, M.; MOHANTY, A.K; NAYAK, S.K. The influence of fiber surface modification on mechanical properties of coir-polyester composites. *Polym. Composites.* v. 22, p 468-472, 2001.
- 11 TERRONES, L.A.H.; MONTEIRO, S.N CARVALHO, E.A.; D'ALMEIDA, J.R.M. Efeito de interface fibra/matriz sobre a resistência de compósitos poliméricos reforçados com fibras de coco, *Rev. Mater.*, v. 11, n. 4, p. 395-402, 2006.
- 12 POTHAN, L.A.; GEORGE, J.; THOMAS, S. Effect of fibre surface treatment on the fibre-matrix interaction in banana fibre reinforced polyester composites, *Compos. Interf.*, v. 9(4), p. 335-353, 2002.
- 13 POTHAN, L.A.; THOMAS, S. Polarity parameters and dynamic mechanical behaviour of chemical banana fibre reinforced polyester composites, *Compos. Sci. Technol.*, v. 63, p. 1231-1240, 2003.
- 14 SATYANARAYANA, K.G.; GUIMARÃES, J.L.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications. *Composites: Part A*, v. 38, p. 1694-1709, 2007.
- 15 BOYNARD, C.A.; MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. Aspects of Alkali Treatment of Sponge Gourd (*Luffa cylindrica*) Fibers on the Flexural Properties of Polyester Matrix Composites. *J. Appl. Polym. Sci.* v. 87 p.1927-1932, 2003.
- 16 DE DEUS, J. F.; MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. Effect of Drying, Molding Pressure and Strain Rate on the Flexural Mechanical Behavior of Piassava (*Attalea funifera*) Fiber-Composite Materials. *Polymer Test.* v. 24, p. 750-755, 2005.
- 17 LEÃO, A.L.; TAN, I.H.; CARASCHI, J.C. Curaua Fiber – A Tropical Natural Fibre from Amazon – Potential and Applications in Composites. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ADVANCED COMPOSITES, Hurghada, Egypt, May, 1998, p. 557-564.



- 18 HINDELEH, A. M.; JOHNSON, D. J.; Crystallinity and crystallite size measurement in cellulose fibres: Ramie and Fortisan. *Polymer*, v. 13(9) p. 423-430, 1972.
- 19 ASTM D256 – 06ae1 – Standard Test Method for Determining The Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics, International Standard Worldwide, Active Standard ASTM D256 Developed by Subcommittee: D20.10, 1975.
- 20 SHIHONG, L.; BENLIAN, Z.; QIYUN, Z.; XIANRONG, B., A new kind of super-hybrid composite material for civil use - ramie fibre/Al, *Composites*, v. 25, n. 3, p. 225-228, 1994.
- 21 MONTEIRO, S.N., MARGEM, F.M., JUNIOR, L, F. L, - Ensaio de impacto em compósitos de matriz poliéster reforçada com fibras de rami. In: 63º CONGRESSO ANUAL DO CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS – ABM, julho-agosto de 2008 – Santos, SP. p. 1-10.
- 22 YUE, C.Y.; LOOI, H.C; QUEK, M.Y. Assessment of Fibre-Matrix Adhesion and Interfacial Properties Using the Pullout Test. *Int. J. Adhesion and Adhesives*, v. 15, p. 73-80, 1995.
- 23 MONTEIRO, S.N, COSTA, L.L., SANTAFÉ, H.P.G., Tenacidade ao impacto Charpy de compósito epoxídico reforçado com fibras de coco, In: CBECIMAT – CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, outubro de 2008, Porto de Galinha – PE – Brasil.p. 1-12.
- 24 MONTEIRO, S.N., LOPES, F.P.D., Ensaio de impacto em compósito polimérico reforçado com fibras de curauá – In: 62º CONGRESSO ANUAL DO CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS ,ABM, julho de 2007, Vitória, ES. p. 1-10.