

ENSAIOS DE *PULLOUT* PARA AVALIAR O TAMANHO CRÍTICO DE FIBRAS DE COCO EMBUTIDAS EM MATRIZ POLIÉSTER¹

Helvio Pessanha Guimarães Santafé Júnior²
Frederico Muylaert Margem³
Sergio Neves Monteiro⁴
Noan Simonassi⁵
Rômulo Loiola Leite⁵

Resumo

Um dos principais aspectos que contribui para o desempenho de compósitos com matriz reforçada por fibras é a eficiência da ligação interfacial, avaliada por meio de um ensaio de escorregamento, conhecido pelo seu nome em inglês, *pullout*, o qual testa a adesão entre fibra e matriz. Através deste ensaio, obtém-se também o comprimento crítico da fibra. No presente trabalho foram realizados ensaios de *pullout* em fibras de coco para avaliar o respectivo comprimento crítico e tensão cisalhante interfacial em relação a matriz de poliéster. Fibras de coco foram medidas, secas ao ar e embutidas em cápsulas de poliéster. Foram utilizadas 20 fibras para cada uma das diferentes profundidades de 2 mm, 3 mm, 5 mm, 10 mm, 20 mm, 30 mm e 40 mm de embutimento. O conjunto foi submetido ao ensaio de *pullout* em máquina de tração com garras especiais. Os resultados obtidos permitiram caracterizar o comprimento crítico das fibras e a tensão cisalhante de escorregamento da interface fibra de coco e matriz poliéster.

Palavras-chave: Comprimento crítico; Matriz poliéster; Fibras coco; Ensaio *pullout*.

PULLOUT TESTS TO EVALUATE THE CRITICAL LENGTH OF COIR FIBERS EMBEDDED IN POLYESTER MATRIX

Abstract

One of the main aspects that contribute to the performance of fiber reinforcement composites is the efficiency of the interfacial bonding between fiber and matrix evaluated by the pullout test, in which the fiber is extracted from a matrix capsule by means of a tensile stress. Through the pullout test the fiber critical length is also evaluated. In the present work, pullout tests were conducted in coir fibers to obtain both the critical length and the interfacial shear stress with respect to a polyester matrix. The coir fiber were measured, dried in air and embedded into polyester capsules. For each different embedded length of 2 mm, 3 mm, 5 mm, 10 mm, 20 mm, 30 mm and 40 mm, more than 20 fibers were used. The set fiber/polyester capsule was subjected to pullout tests in a tensile machine with special grips. The results permitted to evaluate the critical length and the interfacial shear stress of the coir fiber in a polyester matrix.

Key words: Critical length; Polyester matrix; Coir fiber; Pullout tests.

¹ Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil I.

² Doutor, Lamav, CCT, UENF, Brasil.

³ Pós-Doutorando, Lamav, CCT, UENF, Brasil.

⁴ PhD, Professor Titular, Lamav, CCT, UENF, Brasil.

⁵ Aluno de graduação. Lamav, CCT, UENF, Brasil.

⁶ Técnico, Lamav, CCT, UENF, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Fibras naturais lignocelulósicas, cultivadas ou extraídas, vêm sendo cada vez mais utilizadas como reforço para compósitos com matriz polimérica. Entre as muitas vantagens para esta aplicação, destacam-se o baixo custo, a biodegradabilidade e a natureza renovável das fibras naturais.^(1,2) Além disso, na fabricação deste tipo de compósitos, pode-se também aproveitar resíduos de fibras naturais. Isto confere a este uso um caráter ambientalmente correto.⁽³⁾

Por outro lado, as fibras naturais lignocelulósicas possuem algumas desvantagens como a heterogeneidade própria dos organismos vivos e sua natureza hidrofílica. A heterogeneidade pode ser atenuada através de seleção prévia das fibras. Por sua vez, a tendência à absorção de água da fibra natural resulta em pouca aderência com a matriz polimérica, normalmente hidrofóbica, o que compromete as propriedades dos compósitos.⁽⁴⁻⁶⁾ A solução para este problema de aderência tem sido encontrada através de tratamentos físicos e químicos da superfície das fibras.⁽⁷⁾ Tanto a pré-seleção quanto o pré-tratamento para melhorar o desempenho do compósito implicam em maiores custos que podem comprometer os benefícios práticos. Por exemplo, se o compósito de fibra natural pretende competir com a madeira para fabricação de móveis baratos, melhor seria evitar qualquer beneficiamento a não ser uma limpeza e secagem à temperatura ambiente. Por outro lado, é conveniente selecionar e tratar a fibra natural caso o compósito tenha que competir com peças de fibra de vidro, onde o desempenho mecânico seja crítico.

Em muitos casos é conveniente optar-se pelo uso de fibras naturais com seu tamanho próprio. Nestas condições deve ser determinado o comprimento crítico, l_c , que é um importante parâmetro que permite extrair o máximo proveito da resistência mecânica da fibra quando reforçando a matriz de um compósito.⁽⁸⁾

Em particular a fibra extraída da casca (mesocarpo) do fruto do coqueiro, conhecida simplesmente como fibra de coco, vem sendo, já há algumas décadas, investigada por suas propriedades como material de engenharia.⁽⁹⁻¹¹⁾ Verificou-se que as fibras de coco possuem potencial para serem empregadas como reforço de compósitos poliméricos. Na verdade, estas fibras no Brasil são utilizadas em compósito com látex para fabricação de enchimentos de assentos de automóveis.⁽¹²⁾

Em recentes trabalhos^(13,14) determinou-se o tamanho crítico das fibras de coco em matriz poliéster através de testes de *pullout*, cujo esquema está apresentado na Figura 1.

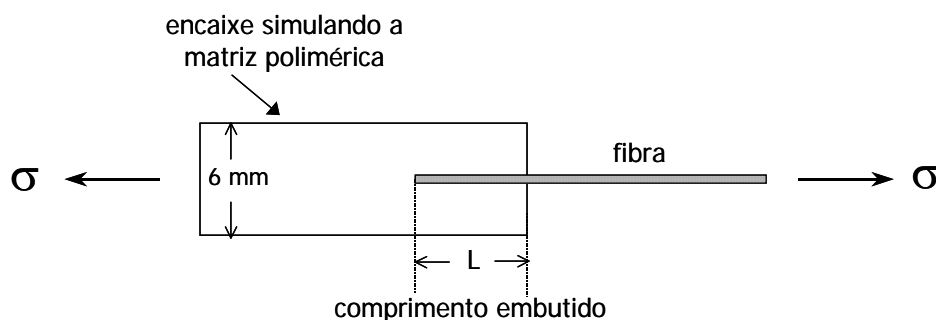


Figura 1. Representação esquemática do teste de *pullout*.

Utilizando o procedimento de Kelly-Tyson da interseção de duas retas no gráfico de *pullout* de tensão nos comprimentos embutidos, obteve-se um comprimento crítico de 13,13 mm para fibras de coco embutida em poliéster.⁽¹³⁾ Para este valor, calculou-se uma tensão cisalhante interfacial de 3,1 MPa. Em outro trabalho do mesmo grupo de pesquisa,⁽¹⁴⁾ utilizou-se um procedimento baseado em três trechos distintos, sendo o primeiro trecho para comprimento embutidos até 3 mm e passando pela origem. Neste caso⁽¹⁴⁾ obteve-se um comprimento crítico de 5,36 mm e calculou-se uma tensão cisalhante interfacial para a fibra de coco em relação a resina poliéster de cerca de 0,5 MPa.

Tendo em vista as limitações dos trabalhos anteriores, o objetivo do presente trabalho foi determinar com maior precisão o valor de l_c para fibras de coco. Além disto, estudou-se também a resistência da interface fibra/matriz poliéster, bem como o possível mecanismo de escorregamento ou ruptura destas fibras

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As fibras de coco (*Cocos nucifera*) foram cedidas por uma empresa do Rio de Janeiro, “Coco Verde Reciclado”, especializada em produtos dessa fibra.

Todas as fibras foram utilizadas sem qualquer tratamento, a não ser uma lavagem e secagem prévia ao ar, na temperatura ambiente. Tanto o comprimento quanto o diâmetro das fibras foram avaliados estatisticamente (Figuras 2 e 3).

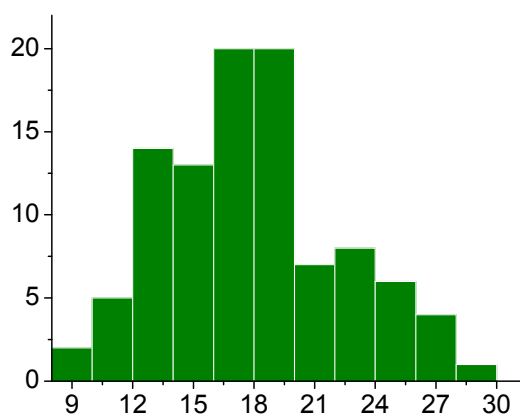


Figura 2. Distribuição do comprimento para as fibras de coco.

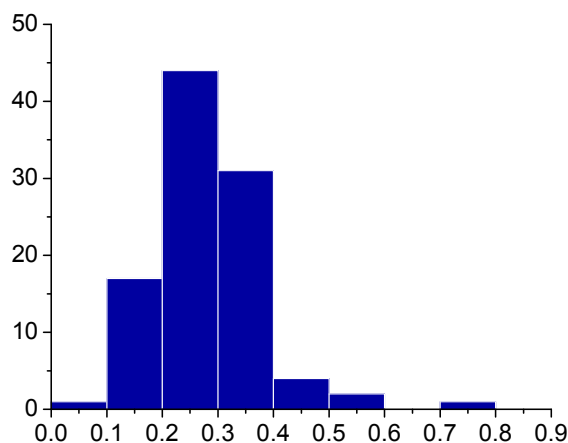


Figura 3. Distribuição do diâmetro para as fibras de coco.

Os novos ensaios de *pullout* foram realizados nas fibras de coco de acordo com o esquema mostrado na Figura 1. As fibras foram parcialmente embutidas em um encaixe cilíndrico de poliéster até o comprimento L que variou de 2 mm, 3 mm, 5 mm, 10 mm, 20 mm, 30 mm e 40 mm de embutimento. O encaixe ou cápsula, com diâmetro de 6 mm, foi moldado em um tubo de plástico, sendo a fibra inserida enquanto a resina poliéster estava líquida. A resina poliéster utilizada foi do tipo ortoftálica, comercialmente disponível e de custo relativamente baixo. No momento da moldagem, acrescentou-se à resina o catalisador à base de metil-etil cetona, na razão de 0,5% para cura à temperatura ambiente, conforme indicado pelo fabricante. A cápsula e a parte livre das fibras (Figura 1), foram presas em garras pneumáticas e ensaiados em máquina Instron com capacidade de 10 kN. Pelo menos 20 corpos de prova como no esquema da Figura 1 foram ensaiados para cada fibra com um certo valor de L, visando garantir uma análise estatística. A taxa de deformação empregada foi de $5,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com base nos resultados de 140 ensaios de *pullout*, sendo 20 para cada comprimento embutido (L), a Tabela 1 apresenta a média e desvio padrão da tensão em tração, ou de fratura ou de escorregamento da fibra de coco em relação à cápsula de poliéster, para correspondentes valores de L.

Tabela 1. Tensão trativa de *pullout* para os comprimentos embutidos de fibras de coco em poliéster

L (mm)	Tensão de <i>Pullout</i> (MPa)
2	33,4 ± 26,2
3	43,3 ± 32,4
5	67,8 ± 21,7
10	74,8 ± 36,2
20	101,7 ± 28,8
30	105,3 ± 24,1
40	115,7 ± 29,1

Vale aqui comentar que no cálculo da tensão de *pullout* foram empregadas diferentes equações, dependendo se a fibra de coco rompia ou se escorregava para fora da cápsula de poliéster.⁽¹⁵⁾ Caso a fibra rompesse, a tensão (σ) era calculada como na Equação 1.

$$\sigma = 4F/\pi d^2 \quad (1)$$

Onde F é a força atingida na ruptura e d o diâmetro equivalente medido em um projetor de perfil.

Por outro lado, caso a fibra escorregasse até se destacar totalmente da cápsula de poliéster (Figura 1), a tensão era calculada pela Equação 2.

$$\sigma = F/\pi dL \quad (2)$$

Para os menores valores de L, isto é, 2 mm e 3 mm, foram considerados os ensaios de *pullout* nos quais as fibras escorregavam. A Figura 4 ilustra, como exemplo das curvas de tração para L = 2 mm e 3 mm, variações (quedas) na carga associadas ao escorregamento da fibra à medida que era sacada da cápsula de poliéster.

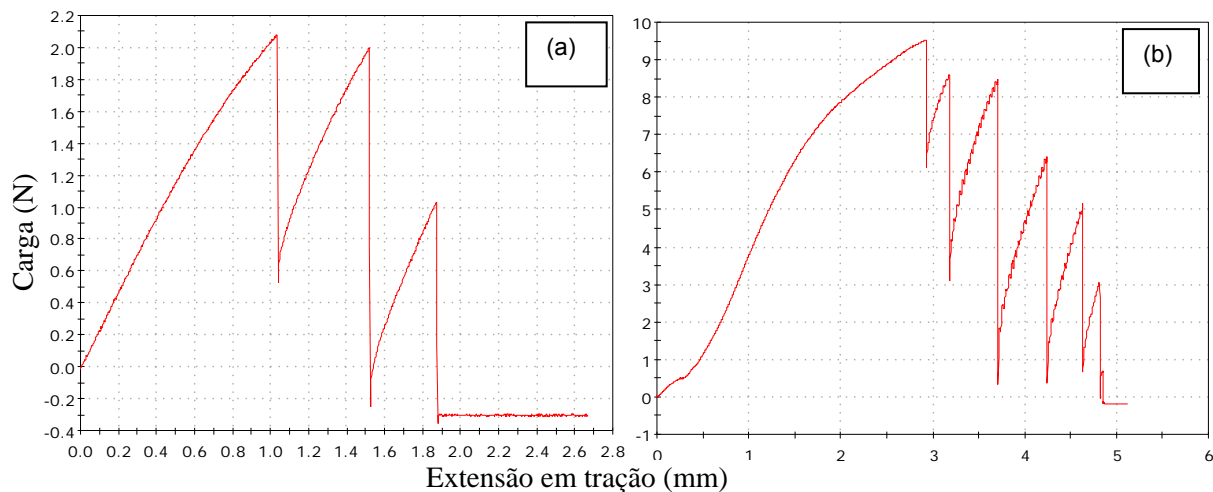


Figura 4. Curvas de carregamento em tração de fibras de coco embutidas com (a) 2 mm; e (b) 3 mm em poliéster.

Para ensaios com maiores valores de L , isto é, 20 mm, 30 mm e 40 mm, somente a ruptura da fibra foi avaliada. A Figura 5 mostra a chamada curva de *pullout* para a variação da tensão de tração (Equações 1 ou 2), em função do comprimento da fibra de coco embutido na cápsula de poliéster (Figura 1).

Alguns aspectos devem ser observados na Figura 5. Os pontos de maiores valores de L , correspondentes a 20 mm, 30 mm e 40 mm, apresentam também os maiores valores de tensão em tração associados à ruptura das fibras de coco (Tabela 1). Dentro do intervalo das barras de erro, ou seja, dos desvios padrão, é possível traçar uma reta horizontal por volta de 110 MPa (Figura 5). Esta horizontal corresponde a um procedimento usado nas curvas de *pullout*⁽⁸⁾ e está associada a um nível de tensão de ruptura em tração da fibra. No caso de outros trabalhos de *pullout* de fibras de coco embutidas em poliéster,^(13,14) valores pouco superiores da horizontal, 150 MPa-160 MPa, foram apresentados. Estas diferenças não são significativas pois resultados gerais de tração⁽¹⁶⁾ indicam que a resistência da fibra de coco situa-se entre 95 MPa e 174 MPa. Estes valores estão indicados como níveis horizontais tracejados na Figura 5. Para valores intermediários de L , 5 mm e 10 mm, considerou-se outra variação linear indicada pela segunda reta do gráfico. Finalmente, outra reta foi ajustada aos menores valores de L , 2 mm e 3 mm, passando pela origem. Este procedimento foi discutido em outros trabalhos⁽¹³⁻¹⁵⁾ como mais representativo do comportamento em *pullout* de fibras lignocelulósicas com os menores valores possíveis de L .

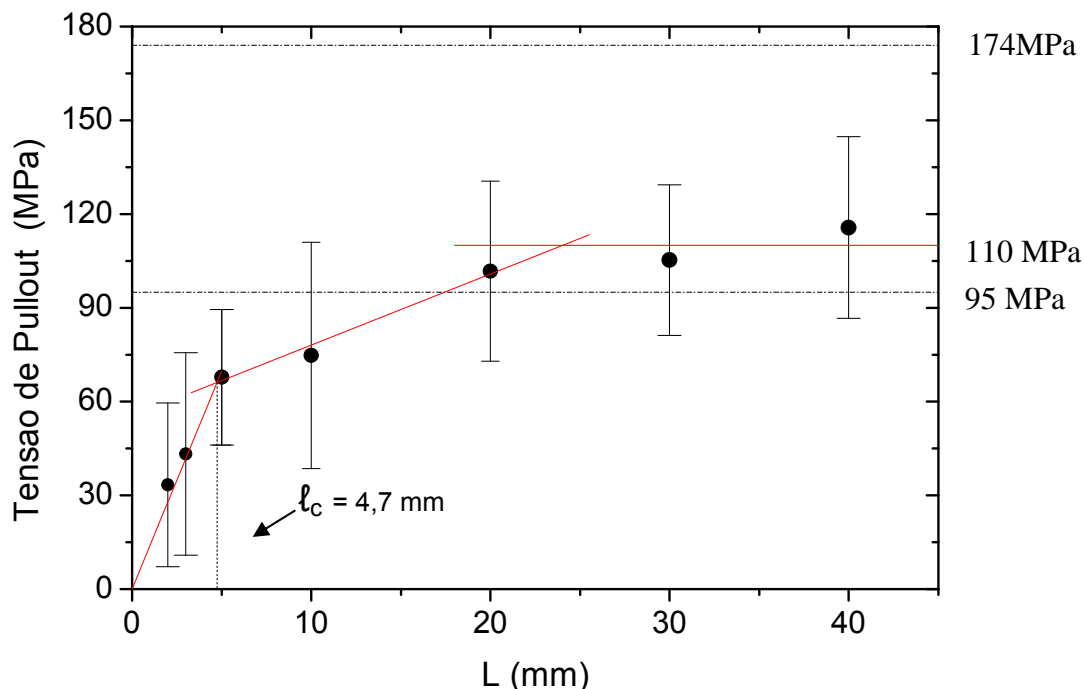


Figura 5. Variação da tensão trativa de *pullout* em função do comprimento embutido da fibra de coco em poliéster.

Em relação aos pontos da Figura 5, é importante mencionar que, apesar do número razoável de vinte ensaios para cada L, ainda assim tem-se uma grande dispersão nos desvios padrão. Entretanto, com base na interseção das duas primeiras retas inclinadas, de 0 até 5 mm e de 5 mm até 20 mm no valor de L, obtém-se um comprimento crítico, $\ell_c = 4,7$ mm. Este valor é próximo do anteriormente obtido,⁽¹⁴⁾ $\ell_c = 5,4$ mm, utilizando-se o mesmo procedimento de três estágios retilíneos no valor de L. Entretanto, outro valor significativamente maior, $\ell_c = 13,1$ mm, foi obtido na curva de *pullout* de fibra de coco em poliéster, considerando-se somente dois estágios.⁽¹³⁾ Isto aparentemente decorre do fato de não ter sido levado em conta um primeiro estágio passando pela origem.

Em relação ao resultado de $\ell_c = 4,7$ mm do presente trabalho, bem como os anteriormente obtidos para o mesmo sistema, fibra de coco/poliéster, a questão a ser discutida é qual seria o valor mais representativo de ℓ_c para o cálculo da tensão cisalhante interfacial. Em outras fibras lignocelulósicas e resinas poliméricas,⁽¹⁵⁾ aparentemente ℓ_c medido por distintas técnicas normalmente é inferior a 10 mm. Isto indica que o procedimento de dois estágios tende a superestimar o comprimento crítico. Além disto, para valores de L intermediários como nos casos de 5 mm a 20 mm em fibras de coco poliéster, têm-se muitas fibras que se rompem sem escorregar. Assim, fica comprometida a ideia de que ℓ_c corresponde ao maior comprimento L abaixo do qual a fibra somente escorregaria na matriz polimérica. Outro aspecto decorrente do cálculo de ℓ_c que possui grande relevância é a estimativa da tensão cisalhante interfacial, τ_i , utilizando a Equação 3.

$$\tau_i = \sigma d / 2 \ell_c \quad (3)$$

Verifica-se que quanto maior for o valor de ℓ_c , menor será o valor de τ_i , indicando uma baixa adesão entre a fibra e a matriz polimérica. Desta maneira, caso o valor de

ℓ_c seja incorretamente determinado, resulta em uma interpretação equivocada da capacidade de transferência de uma carga aplicada à matriz diretamente pelas fibras que supostamente a estariam reforçando. No presente trabalho, obteve-se $\tau_i = 3,1$ MPa, que é um valor compatível com outros relatados para fibras lignocelulósicas não tratadas, obtidos por diferentes métodos de avaliação de τ_i para matrizes poliméricas.⁽¹⁵⁾ Assim, baseando-se nesta comparação de resultados de ensaios de *pullout* para fibras de coco embutida em poliéster, sugere-se que o comprimento crítico ℓ_c seja sempre obtido pela interseção dos dois primeiros estágios de variação de σ com L (Figura 5). Eventualmente poderia ser considerado um valor baseado na interseção do segundo estágio com o terceiro (horizontal) estágio e que corresponderia ao limite máximo do comprimento crítico, para o qual ainda pudesse ocorrer escorregamento da fibra.⁽¹³⁾ Neste caso, o cálculo de τ_i forneceria o limite inferior para a tensão interfacial.

5 CONCLUSÕES

- Uma nova avaliação do comprimento crítico, ℓ_c , e da tensão cisalhante interfacial, τ_i , foi realizada através de ensaios de *pullout* de fibras de coco embutidas em resina poliéster;
- esta avaliação mostrou que o procedimento, considerando três estágios na relação da tensão em tração com o comprimento embutido é o que permite calcular ℓ_c e τ_i com maior precisão; e
- obteve-se desta maneira $\ell_c = 4,7$ mm e $\tau_i = 3,1$ MPa, que são valores compatíveis com outros determinados para diversas fibras lignocelulósicas em relação a distintas matrizes poliméricas.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio a esta investigação por parte das agências: CNPq, Capes e Faperj.

REFERÊNCIAS

- 1 BLEDZKI, A.K.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose-based fibres. **Prog. Polym. Sci.**, v. 24, p. 221-274, 1999.
- 2 PEIJS, T. Natural Fibers Base Composites. **Mater. Technol.** v.15, p. 281-285, 2000.
- 3 MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D.; FERREIRA, A.S.; NASCIMENTO, D.C.O. Natural fiber polymer matrix composites: cheaper, tougher and environmentally friendly. **JOM**, v. 61, n.1, p. 17-22, 2009.
- 4 MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; HINRICHSEN, G. Biofibers, biodegradable polymers and biocomposites: an overview. **Macromolecular Mat. and Eng.**, v. 276/277, p. 1-24, 2000.
- 5 BLEDZKI, A. K., REIHMANN, S., GASSAN, J. Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites, **J. Appl. Polym. Sci.**, vol. 59, p. 1329-1336, 1996.
- 6 ROUT, J.; MISRA, M.; TRIPATHY, S.S.; NAYAK, S.K.; MOHANTY, A.K. The influence of fiber treatment on the performance of coir-polyester composites. **Comp. Sci. Technol.** v. 61, p. 1303 – 1310, 2001.

- 7 KALIA, S.; KAITH, B.S.; KAUR, I. Pretreatment of natural fibers and their applications as reinforcing materials in polymer composites – a review. **Polym. Eng. Sci.**, v. 49, p. 1253-1272.
- 8 HULL, D. **An Introduction to Composite Materials**, pub. Cambridge, Inglaterra, 1981.
- 9 SATYANARAYANA, K.G; PILLAI, C.K.S; SUKUMARAN, K; PILLAI, S.G.K; ROHATGI, P.K; VIJAYAN, K; Structure and property studies of fibers from various parts of coconut tree. **J. Mater Sci.** 1982, v17 p2453-2462.
- 10 VENKATASWAMY, K.G; PILLAI C.K.S; PRASAD, V.S; SATYANARAYANA, K.G; Effects of a chemical treatment on the structure and morphology of coir fiber. **J. Mater. Sci. Letters**, 2000, v. 19(23) p2151-2153.
- 11 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. Proceedings of the **III International Congress on Materials**, CD-ROM, Cartagena, Colombia, September 2005.
- 12 MERCEDES-BENZ, www.mercedes-benz.com.br, 2012.
- 13 MONTEIRO, S.N; DE DEUS, J.F; AQUINO, R.C.P; D'ALMEIDA, J.R.M; Pullout tests of coir fiber to evaluate the interface strength in polyester composites. **Proceedings of the materials characterization symposium – TMS conference**, San Antonio, USA, March 2006.
- 14 MONTEIRO, S.N; D'ALMEIDA, J.R.M; Ensaio de Pullout em fibras lignocelulósicas – Uma metodologia de análise. **Revista Matéria**, 2006, v11(3) p 189-196.
- 15 MONTEIRO, S.N.; SATYANARAYANA, K.G.; MARGEM, F.M.; FERREIRA, A.S.; NASCIMENTO, D.C.O.; SANTAFE Jr.; H.P.G.; LOPES, F.P.D. Interfacial shear strength in lignocellulosic fibers incorporated with polymeric composites. **Cellulose Fibers Bio- and Nano Polymer Composites**. Ed. Kalia, S.; Kaith, B.S; Kaur, I. pub Springer – Verlag, Berlin, 2011.
- 16 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.