



PROPRIEDADES MECÂNICAS E CARACTERÍSTICAS DA FRATURA POR FLEXÃO DE COMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI INCORPORADA COM FIBRAS DE COCO MERCERIZADAS¹

Helvio P. G. Santafé Júnior²

Lucas Lopes da Costa³

Sergio Neves Monteiro⁴

Luciana L. Pereira de Almeida⁵

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 como painéis para construção civil e estofamento de veículos adquirindo assim um elevado valor agregado na indústria automobilística. O objetivo deste trabalho foi investigar as propriedades mecânicas e as características da fratura de compósitos com matriz de resina epóxi estequiométrica incorporada com até 30% em volume de fibras longas e alinhadas de casca de coco tratadas com NaOH. Fibras de coco foram mercerizadas em 0,1% de solução de NaOH durante 1 minuto e 10% de solução durante 1 hora. Ensaio de flexão e análise por microscopia eletrônica de varredura deram suporte experimental a esta investigação comparativa entre os dois tipos de tratamentos com as diferentes concentrações. Os resultados mostraram que as fibras de coco, mesmo longas e alinhadas e tratadas, não acarretaram efeito de reforço, uma vez que não houve aumento na resistência à flexão da matriz epoxídica. Observou-se ainda que compósitos com fibras tratadas com maior concentração de NaOH e maior tempo, apresentaram menor a resistência à flexão que as fibras tratadas com menor concentração e menor tempo. Os mecanismos de nucleação de trincas na fraca interface fibra/ matriz bem como o obstáculo causado pelas longas fibras de coco à propagação destas trincas são responsáveis pelo comportamento mecânico e características da fratura dos compósitos.

Palavras-chave: Fibra de coco; Compósito epoxídico; Mercerização com NaOH; Ensaio de flexão; Análises da fratura.

MECHANICAL PROPERTIES AND FRACTURE CHARACTERISTICS OF BEND TESTED EPOXY COMPOSITES INCORPORATED WITH ALKALI TREATED COIR FIBERS

Abstract

Fibers extracted from the husk of the coconut, known as coir fibers, are being used in temperate and tropical regions, particularly in third world countries like Brazil, to fabricate composites for civil construction panels and automobile cushions, with a high aggregated value in the car industry. The objective of this work was to investigate the mechanical properties and the fracture characteristics of stoichiometric epoxy matrix composites incorporated with up to 30% in volume of alkali treated, NaOH mercerized, continuous and aligned coir fibers. The coir fibers were mercerized at two different solutions: 0.1% NaOH for 1 min and 10% NaOH for 1 hour. Three points bend tests and scanning electron microscopy analysis supported this experimental investigation for comparison between the two different treatments and non-treated coir fiber composites. The results showed that the treated coir fibers did not provide a reinforcement effect since the flexural strength of the epoxy matrix was not increased. It was also observed that composites with fibers treated with higher concentration of NaOH for longer time presented smaller flexural strength than those treated with lower concentration and time. The crack nucleation mechanism at the weak fiber/matrix interface as well as the obstacle caused by the continuous coir fibers to the propagation of these cracks are the mechanisms responsible for the composites mechanical behavior and fracture characteristics.

Keywords: Coir fiber; Epoxy composite; NaOH mercerization; Bend test; Fracture analysis.

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

² M.Sc., Doutorando LAMAV – CCT/UENF – santafejr@uenf.br Av. Alberto Lamego, 2000, 28015-620, Campos dos Goytacazes, RJ – Brasil.

³ Graduando, LAMAV, Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense, CCT/UENF,

⁴ PhD, Professor Titular, LAMAV – CCT/UENF.

⁵ M.Sc., LAMAV – CCT/UENF – Av. Alberto Lamego, 2000, 28015-620, Campos dos Goytacazes, RJ – Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Além da parte alimentícia do fruto, outras partes como o tronco, as folhas e até as cascas do coco (*Cocos nucifera*) vêm sendo, de longa data, utilizadas como fonte de energia, material de construção e artesanato.⁽¹⁾ Compósitos reforçados com fibras naturais, sobretudo as lignocelulósicas facilmente cultivadas, têm sido objeto de recentes investigações. Um trabalho de revisão sobre este tipo de compósitos foi publicado ao final da última década.⁽²⁾ Desde então, centenas de outras publicações foram dedicadas a fibras regularmente cultivadas como a juta,^(3,4) o linho,^(5,6) o sisal,^(7,8) a madeira,^(9,10) o coco^(11,12) e até mesmo fibra de bananeira^(13,14) como exemplos entre muitas outras.

A resistência interfacial da fibra de coco com matriz polimérica é baixa,⁽¹²⁾ o que a torna muito favorável para uso em compósitos resistentes ao impacto como um capacete de ciclismo, painéis automotivos entre outros. Trabalhos sobre o efeito da incorporação de fibras de coco, tanto na forma de mantas quanto de aglomerados, em compósitos com matriz poliéster^(15,16) mostraram que a resistência à flexão da matriz é reduzida à medida que aumenta a quantidade de fibra incorporada. Este fato havia sido atribuído⁽¹⁷⁾ ao baixo módulo de elasticidade das fibras de coco em comparação com a resina poliéster. Isto, em princípio, comprometeria uma eficiente transferência de cargas mecânicas para a fibra de coco, anulando seu efeito de reforço. Entretanto, o módulo de elasticidade da fibra de coco, 2,5 GPa a 4,5 GPa,⁽¹⁸⁾ é da mesma ordem da resina poliéster, 2 GPa a 4 GPa,⁽¹⁵⁾ o que não justificaria o decréscimo do módulo de elasticidade do compósito como sugerido por Prasad et al.⁽¹⁷⁾ Uma possibilidade para a redução na resistência do compósito poderia ser a baixa resistência interfacial que acarretaria descolamento da interface fibra/matriz reduzindo a capacidade de transferência de carga. Em princípio, tratamento das fibras como a mercerização com NaOH poderiam melhorar a adesão fibra/matriz.⁽¹⁷⁾

Assim o objetivo deste trabalho foi investigar o efeito de tratamentos superficiais e características de coco sobre as propriedades mecânicas e características da fratura de fratura de compósitos epoxídicos incorporados com estas fibras.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As fibras de coco deste trabalho foram cedidas pela empresa Coco Verde Reciclado.⁽¹⁹⁾ Do lote destas fibras foram retiradas aleatoriamente 100 amostras para uma avaliação estatística do comprimento e do diâmetro como mostrado nos histogramas da Figura 1. A partir destes histogramas obteve-se um comprimento médio de 178,80 mm e um diâmetro médio de 0,28 mm.

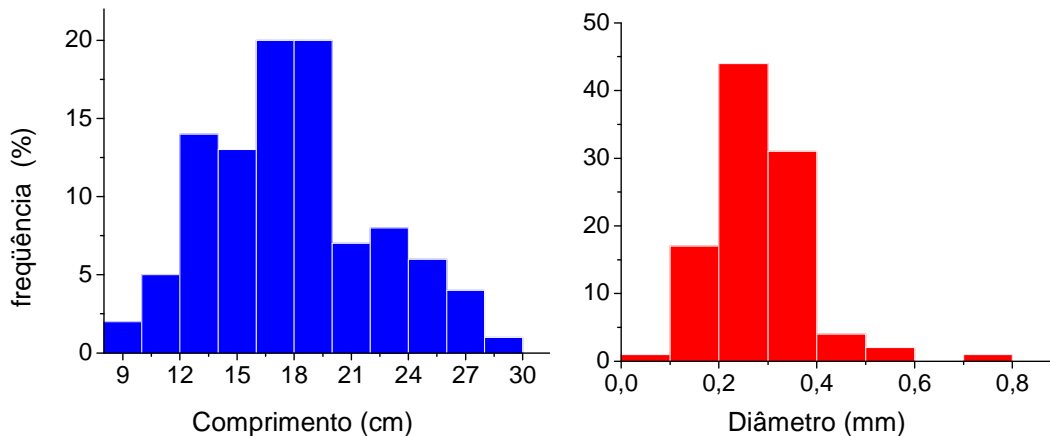


Figura 1 - Distribuição estatística do comprimento (a) e diâmetro (b) das fibras de coco.

Antes de serem usadas as fibras de coco passaram por um processo de limpeza com água corrente e secagem. A seguir as fibras longas de coco foram tratadas com NaOH em 0,1% de solução durante 1 minuto e 10% de solução durante 1 hora.

Na etapa seguinte, feixes contendo separadamente 10%, 20% e 30% em volume destas fibras foram alinhados ao longo de toda a extensão de um molde de aço com dimensões de 152 x 122 mm. Vazou-se então, por sobre as fibras, resina epóxi do tipo éter diglicídico do bisfenol A (DGEBA), ainda líquida, mas já misturada estequiometricamente com 13 partes de endurecedor trietileno tetramina (TETA) para 100 partes de resina, ou seja, phr 13.

As placas moldadas destes compósitos foram curadas à temperatura ambiente, cerca de 25°C, por 24 horas e após esse período sofreram uma pós-cura em um forno a 60°C durante 4 horas. Foi mantida uma carga constante de uma tonelada, através de uma prensa hidráulica, sobre a tampa do molde para facilitar a impregnação da resina DGEBA/TETA por entre as fibras de coco.

Seguindo-se a pós cura, cada placa correspondente a uma determinada fração de fibra de coco foi cortada segundo a direção de alinhamento das fibras em 6 corpos de prova retangulares com dimensões nominais de 122 x 25 x 8 mm. Antes dos ensaios, cada corpo de prova foi medido com paquímetro em dez posições, tanto na largura, quanto na espessura, para um cálculo preciso da resistência dos compósitos.

Os corpos de prova foram submetidos a ensaios de flexão em três pontos, segundo a norma ASTM D 790-03, em máquina INSTRON com capacidade de 100 kN a uma velocidade de $3,3 \times 10^{-5}$ m/s. Tendo em vista ser a distância entre os suportes constante e igual a 90 mm, correspondendo a uma relação de abertura para profundidade (*span-to-depth ratio*) de aproximadamente 9, a tensão (MPa) limite de resistência à flexão foi obtida diretamente da carga Q (N) máxima pela relação:

$$\sigma_m = \frac{135}{2bd^2} \times Q_m \quad [1]$$

Onde **b** é a largura e **d** a espessura do corpo de prova, ambas em milímetros.

Amostras da superfície fraturada dos corpos de prova foram metalizadas com ouro, para análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), utilizando imagens geradas por elétrons secundários a 20 kV.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Curvas de carga vs. deslocamento, obtidas nos ensaios de flexão em três pontos, estão mostradas na Figura 2 para corpos de prova representativos das diferentes frações volumétricas de fibras de coco tratadas com NaOH 10% durante 1 hora. A Figura 3 ilustra as curvas características do ensaio com os corpos de prova de resina epóxi reforçadas com fibras de coco tratadas com NaOH 0,1% durante 1 minuto.

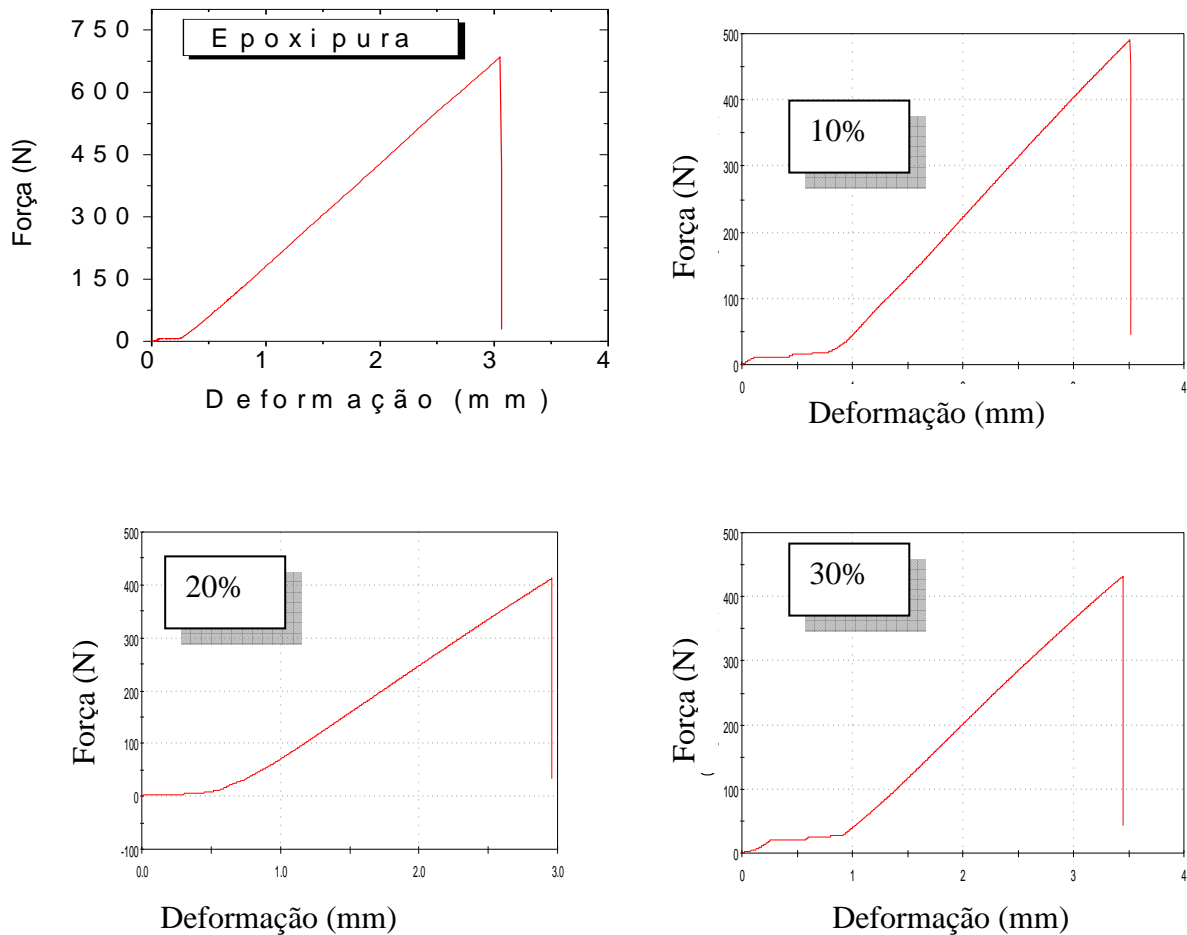


Figura 2 – Curvas dos corpos de prova de resina epóxi reforçadas com fibras de coco tratadas com NaOH 10% durante 1 hora.

A Figura 3 apresenta corpos de prova de resina epóxi reforçadas com fibras de coco tratadas com NaOH 0,1% durante 1 minuto.

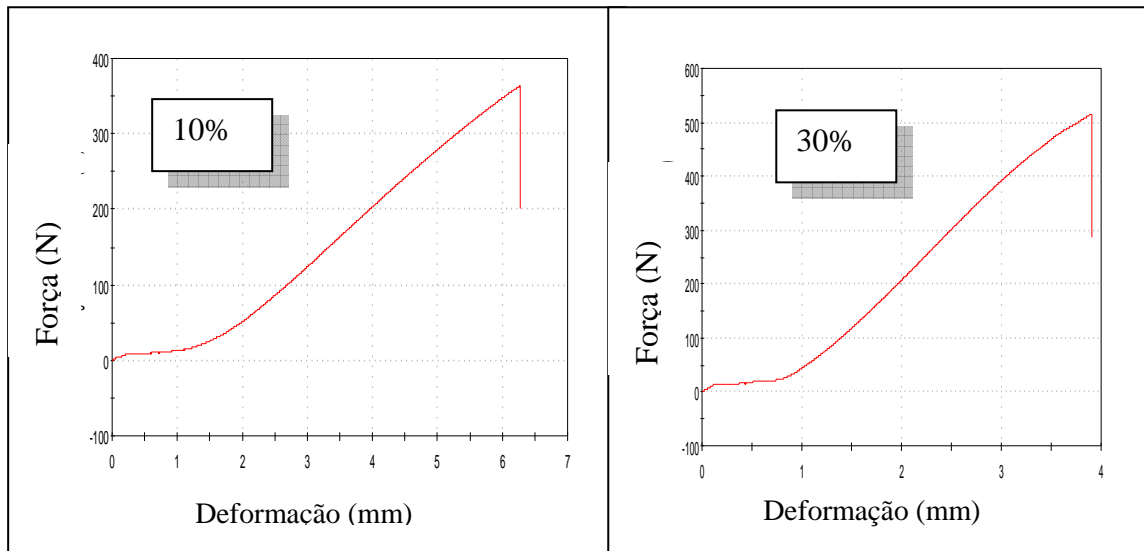


Figura 3 – Curvas de flexão de corpos de prova de resina epóxi reforçadas com fibras de coco tratadas com NaOH 0,1% durante 1 minuto.

Na Figura 2 é importante notar que a curva de flexão da resina epóxi pura encontra-se em um nível comparável de resistência a flexão em relação à de todos os compósitos em ambos tratamentos. Ou seja, a incorporação da fibra de coco aparentemente não acarretou um reforço na matriz epoxídica. Outro aspecto de destaque nas Figuras 2 e 3 é o formato das curvas. A curva da resina epóxi pura caracteriza um comportamento frágil com fratura ao término da reta elástica. Este comportamento é esperado para a resina DGEBA/TETA estequiométrica,⁽¹⁶⁾ no qual a ruptura é súbita com queda imediata da carga de flexão aplicada.

Com base em curvas como as das Figuras 2 e 3, determinou-se o valor das cargas máximas, Q_m , atingidas nos ensaios e calculou-se, pela Eq. [1], a tensão máxima de resistência à flexão σ_m mostrada na Tabela 1.

Tabela 1– Variação da resistência à flexão dos compósitos epoxídicos com a fração volumétrica de fibras de coco em distintos tratamentos com NaOH

Tratamentos	10% NaOH – 1h	0,1% NaOH - 1min
% Fibra coco	Tensão de Flexão (μPa)	Tensão de Flexão (μPa)
0	43,03 \pm 6,55	43,03 \pm 6,55
10	43,32 \pm 5,07	38,90 \pm 6,35
20	48,83 \pm 6,17	44,06 \pm 9,35
30	39,35 \pm 6,49	48,70 \pm 8,44

A Tabela 1 originou a Figura 4 que representa graficamente a variação da tensão máxima, ou seja, da resistência à flexão, com a fração volumétrica de fibras de coco com os devidos tratamentos.

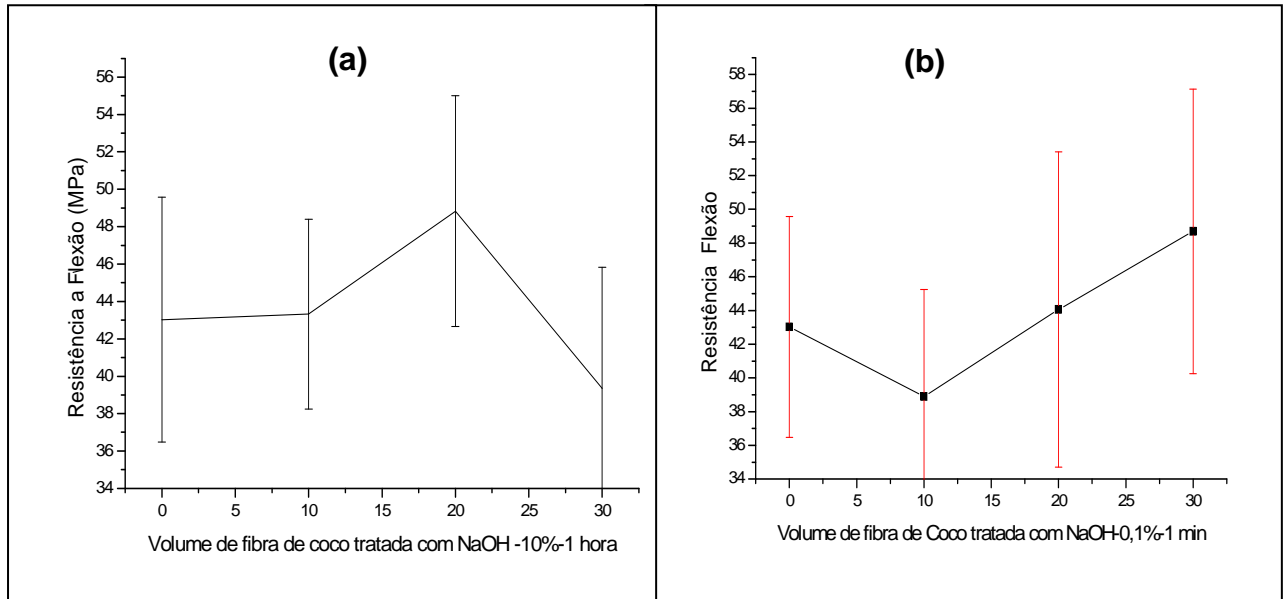


Figura 4 - Variação da resistência à flexão dos compósitos epoxídicos com a fração volumétrica de fibras de coco em distintos tratamentos: (a) com NaOH 10% - 1 hora e (b) com NaOH 0,1% - 1 minuto.

No gráfico da Figura 4, como já havia sido verificado nas curvas das Figuras 2 e 3, nota-se que a incorporação das fibras de coco na matriz epoxídica com fibras de coco tratadas com NaOH-10%-1hora, reduz de a resistência dos compósitos. Este resultado indica que as fibras de coco, mesmo sendo longas de maneira a resistirem ao teste de flexão, não reforçam a matriz epoxídica. Decréscimo na resistência à flexão também foi constatado^(12,13) em compósitos de matriz poliéster incorporada com fibras de coco similares às do presente trabalho. Na realidade, as fibras de coco não possuem resistência à tração tão elevada quanto as de sisal, curauá ou piaçava.⁽⁶⁾ Ainda assim, sua resistência à tração, 95 MPa a 174 MPa⁽⁶⁾ é superior à da matriz epoxídica, da ordem de 27,6 MPa a 90 MPa.⁽¹⁵⁾ Vale mencionar que as fibras de coco tratadas com NaOH-0,1%-1minuto apresentaram uma discreta melhora na resistência a flexão, quando houve um acréscimo do volume de fibra.

A Tabela 2 apresenta os valores do módulo de elasticidade **E** atingido nos ensaios dos compósitos dando origem ao gráfico da Figura 5.

Tabela 2 – Variação da do módulo de elasticidade dos compósitos epoxídicos com a fração volumétrica de fibras de coco em distintos tratamentos com NaOH

Treatments	10% NaOH – 1h	0,1% NaOH - 1min
% Fibra coco	E (GPa)	E (GPa)
0	0,13 ± 0,02	0,13 ± 0,05
10	0,14 ± 0,02	0,11 ± 0,02
20	0,16 ± 0,02	0,10 ± 0,01
30	0,13 ± 0,02	0,13 ± 0,02

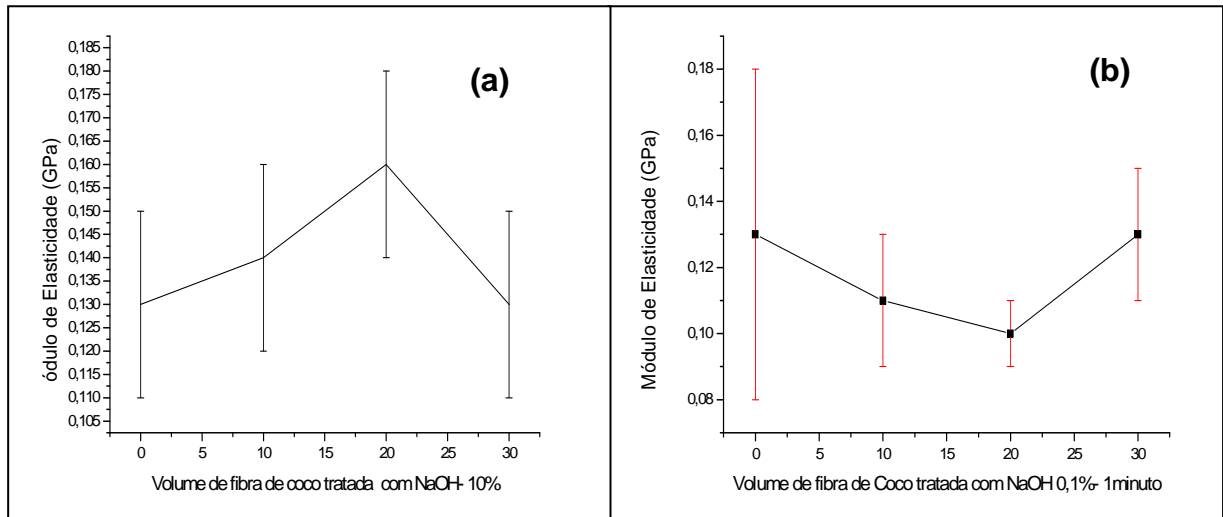


Figura 5 – Variação do módulo de Elasticidade em relação as porcentagens de fibras de coco. (a) Fibras de coco tratadas com NaOH -10%-1hora. (b) Fibras de coco tratadas com NaOH -0,1%-1minuto.

Como foi comentado na introdução, a diferença entre os módulos de elasticidade da fibra de coco e da resina epóxi, não justifica o decréscimo na resistência do compósito como sugerido por Prasad et al.⁽¹⁷⁾ Na realidade as fibras de coco tratadas por mercerização pouco efeito causam na resistência e na rigidez do compósitos epoxídicos. A razão das fibras de coco não reforçarem matrizes poliméricas está relacionada com a fraca interface fibra/matriz, que se torna local preferencial de nucleação de trincas durante solicitações mecânicas do compósito, como no caso de um ensaio de flexão. Estas questões podem ser mais bem esclarecidas através da análise de aspectos microestruturais da fratura dos compósitos.

A Figura 6 apresenta a micrografia típica da superfície de fratura em flexão de um corpo de prova de epóxi pura. Com menor aumento, a Figura 6(a) revela uma superfície de fratura uniforme e característica da súbita ruptura por propagação transversal de uma única trinca. Com maior aumento (Figura 6b), notam-se marcas ramificadas conhecidas como *river patterns*, associadas à passagem da trinca inicial pela estrutura frágil da resina DGEBA/TETA estequiométrica.

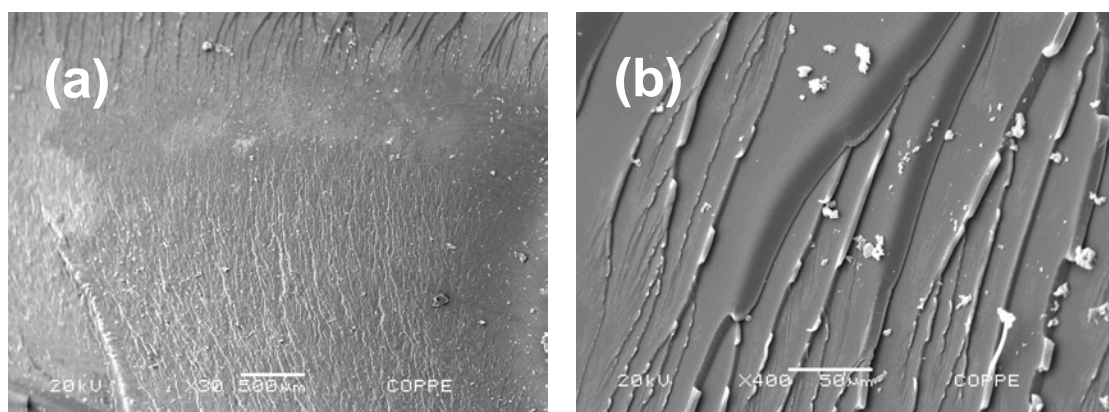


Figura 6 – Fractografia por MEV da resina epóxi pura: (a) 30x; (b) 400x.

A Figura 7 apresenta as fractografias por MEV dos compósitos, de matriz epoxídica, incorporados com fibras longas e alinhadas e tratadas com diferentes porcentagens de Na OH e de fibras de coco. Verifica-se que para o compósito com

10% de fibra (Figura 7a), a trinca ocorreu devido a falhas de descolamento na fraca interface fibra/matriz como mostrado. Este poderia ser o mecanismo que impede as fibras de coco, mesmo mercerizadas, de reforçarem sensivelmente a matriz.

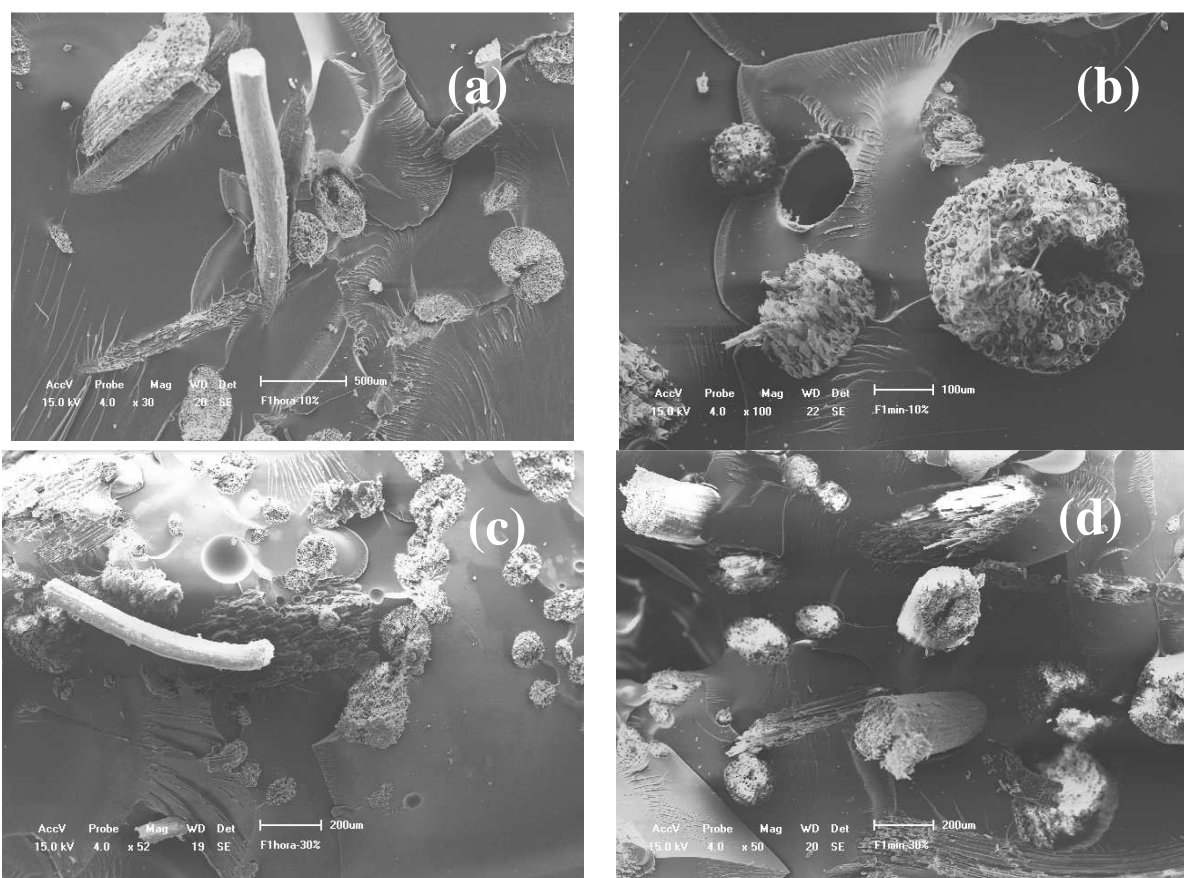


Figura 7 (a) Aumento de 30x- Na OH 10%-1hora; (b) 100x de NaOH 0,1%- 1min; (c) 51x-NaOH 10%-1hora; (d) 50x de NaOH 0,1%- 1min.

4 CONCLUSÕES

Compósitos com matriz epóxi estequiométrica DGEBA/TETA incorporados com fibras de coco tratadas com diferentes tempos e concentrações de NaOH não apresentam efeito de reforço.

Considerando-se a precisão dos resultados, tanto a resistência mecânica quando o módulo de elasticidade dos compósitos pouco variam com a introdução de até 30% de fibras mercerizadas. Estes resultados são melhores que outros obtidos com fibras de coco mercerizadas ou não tratadas que reduzem sensivelmente as propriedades mecânicas quando incorporadas em compostos de poliéster.

Mesmo com tratamento de mercerização, permanece baixa a resistência interfacial da fibra de coco com a matriz epoxídica, o que acarreta falhas associadas a trincas. Este mecanismo aparenta ser o responsável pelas fibras de coco tratadas não reforçarem sensivelmente compósitos epoxídicos.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CNPq, CAPES o apoio através de bolsas e recursos para pesquisa.

REFERÊNCIAS

- 1 SATYANARAYANA, K.G.; 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, **J. Mater. Sci.**, v. 17, p. 2453-2462, 1982.
- 2 BLEDZK .K; GASSAN J. Effect of cyclic moisture absorption/desorption on the mechanical properties of silanized jute-epoxy composites. **Polymer Composites**, 20(4), 604-611, 1999.
- 3 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.
- 4 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.
- 5 CANTERO, G.; ARBELAIZ, A.; LHANO-PONTE, R.; MONDRAGON, I. Effects of fibre treatment an wettability and mechanical behaviour of flax/polypropylene composite. **Compos. Sci. Technol.**, v. 63, p. 1247-1254, 2003.
- 6 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.
- 7 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.
- 8 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.
- 9 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.
- 10 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.
- 11 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.
- 12 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.
- 13 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, n. 4, p. 335-353, 2002.
- 14 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.
- 15 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, **Rev. Mater.**, v.10(4), p.571-576, 2005.
- 16 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.
- 17 PRASAD, S.V.; PAVITHRAM, P.K.; ROHATIGI, P.K. Alkali treatment of coir fibres for coir-polyester composites. **J. Mater Sci.** v. 18, p. 1443-1454, 1983.
- 18 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
- 19 <http://www.cocoverderj.com.br/> , Acesso em: 08 dez. 2009.