

TENACIDADE AO IMPACTO CHARPY DE COMPÓSITOS EPOXÍDICOS REFORÇADOS COM FIBRAS DE RAMI¹

Sergio Neves Monteiro²
Frederico Muylaert Margem³
Luís Fernando Lopes dos Santos Júnior⁴

Resumo

Compósitos fabricados com fibras de rami, reforçando matriz polimérica estão sendo investigados, como sucedâneos de materiais convencionais para aproveitar a oferta comercial destas fibras. Neste trabalho avaliou-se a tenacidade ao impacto destes compósitos com matriz epoxídica reforçada com até 30% em volume de fibras de rami. Corpos de prova entalhados com dimensões padronizadas do tipo Charpy foram preparados com fibras contínuas e alinhadas de rami, em um processo de moldagem sob pressão. Através de ensaios em pêndulo de impacto com martelos em configuração Charpy obteve-se a energia absorvida pelos compósitos. As correspondentes fraturas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura, MEV. Constatou-se que a energia registrada nos ensaios aumenta significativamente com a fração de fibras de rami no compósito. Observações por MEV permitiram identificar os mecanismos deste efeito do reforço que a fibra de rami acarreta e que está associado ao aumento na tenacidade do compósito.

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

IMPACT TESTS IN EPOXI MATRIX COMPOSITES REINFORCED WITH RAMIE FIBERS

Abstract

Composites made from ramie fibers, reinforcing polymeric matrix are being investigated as substitutes for conventional materials to seize the commercial supply of these fibers. In this work the impact toughness of epoxy matrix composites reinforced with up to 30% in volume of ramie fiber was evaluated. Specimens with standard dimensions of the Charpy type were prepared with continuous and aligned ramie fibers in a process of molding under pressure. Through impact pendulum tests with hammers in Charpy configuration, the energy absorbed by the composites was obtained. The corresponding fractures were analyzed by scanning electron microscopy, SEM. It was found that the energy recorded in the tests increases significantly with the fraction of ramie fibers in the composite. Observations by SEM permitted to identify the mechanisms responsible for the reinforcement effect caused by the ramie fiber, which is associated with an increase in the toughness of the composite.

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

¹ *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *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.*

³ *M.Sc e Doutorando do LAMAV- CCT/UENF. fmargem@bol.com.br.*

⁴ *Graduando, LAMAV – CCT/UENF.*

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.⁽¹⁹⁾

Estas aplicações exigem que sejam conhecidas as propriedades mecânicas do compósito, em especial sua tenacidade, de importância tanto no processamento quanto no uso de componente fabricados com esse tipo de material. Assim o objetivo deste trabalho foi avaliar a tenacidade ao entalhe, através de medidas de energia de impacto Charpy, de compósitos de matriz poliéster 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.

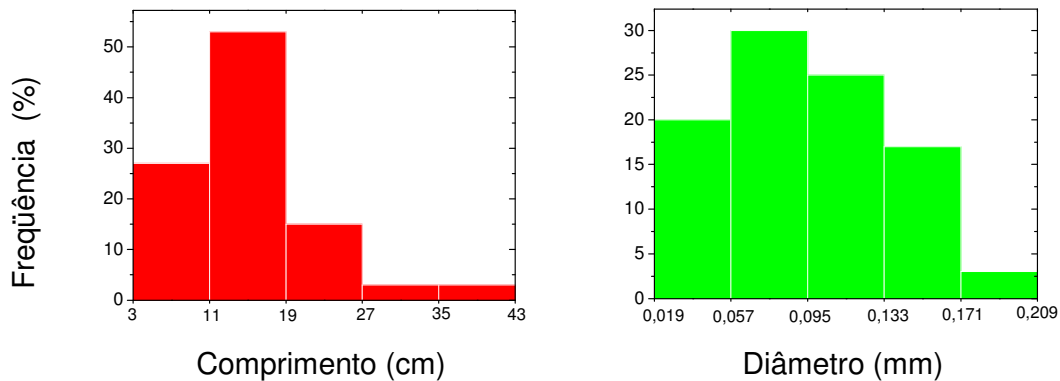


Figura 1. Distribuição do comprimento e do diâmetro da fibra de rami.

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 10 mm que serviram como base para confecção de corpos de prova de ensaio de impacto Charpy, de acordo com a norma ASTM D256.

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 Charpy, 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 foi usado para 30% de fibra. Para cada condição, 10 corpos de prova foram utilizados e os resultados interpretados estatisticamente.

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

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

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

| Fração volumétrica da fibras de rami (%) | Energia de impacto Charpy (J/m) |
|------------------------------------------|---------------------------------|
| 0% | 12,43 ± 0,98 |
| 10% | 45,00 ± 6,38 |
| 20% | 101,80 ± 34,65 |
| 30% | 211,71 ± 23,90 |

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

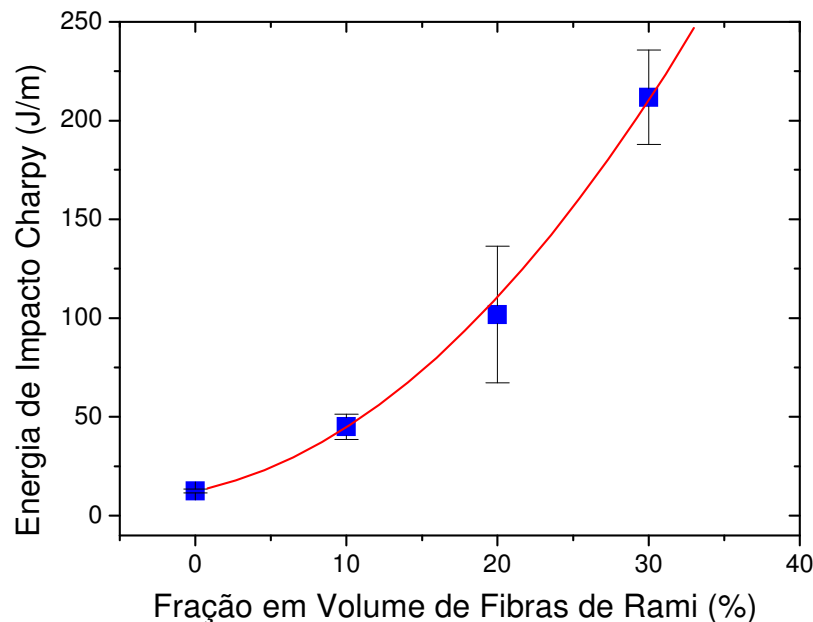


Figura 2. Variação da energia de impacto Charpy de compósitos epoxídicos com fração em volume de fibras de Rami.

Nesta figura observa-se o aumento marcante na energia de impacto Charpy 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.⁽¹⁾

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 exponencial com a fração volumétrica de fibras de rami. Uma linha passando pela média dos pontos demonstra esse crescimento exponencial. A interpretação matemática para este crescimento corresponde, preliminarmente, a equação:

$$E_e = 13 \exp 0,10F \quad (1)$$

Onde E_e é a energia absorvida pelo compósito com matriz epoxídica no impacto Charpy em J/m e F a fração volumétrica de fibras de rami em percentagem. Um comportamento exponencial para a energia absorvida no impacto Charpy em compósitos também reforçados com fibra de rami foi apresentado em recente publicação.⁽²⁰⁾ Nesse trabalho,⁽²⁰⁾ a matriz era poliéster e não epóxi como no presente caso. Entre o desempenho do compósito com matriz poliéster do trabalho anterior⁽²⁰⁾ e este com matriz epóxi, uma diferença marcante foi encontrada, sendo a matriz de poliéster, reforçada com a mesma quantidade de fibras de rami, quase

cinco vezes mais tenaz que a matriz epóxi do presente trabalho. De fato, a equação para energia de impacto Charpy dos compósitos de poliéster, E_p , reforçadas com fibra de rami traduz esta diferença:

$$E_p = 2,7 \exp 0,14F \quad (2)$$

Em qualquer dos casos, matriz de poliéster⁽²⁰⁾ 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 alinhadas para os compósitos de rami obtêm-se tenacidades ao impacto relativamente superiores a compósitos com outras fibras.

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 | Charpy | 211,7 | Neste trabalho |
| rami/poliéster | Charpy | 1004,8 | (20) |
| coco/poliéster | Charpy | 241,2 | (21) |
| coco/epóxi | Charpy | 174,7 | (21) |
| curauá/poliéster | Charpy | 169,7 | (22) |
| curauá/epóxi | Charpy | 103,2 | (22) |

Outro aspecto importante de ser comentado é a característica macroscópica da ruptura dos corpos de prova após o ensaio. A Figura 3 ilustra a característica típica de ruptura dos corpos de prova de compósitos de epóxi com diferentes frações incorporadas de fibras de rami. Nesta figura está mostrado que o corpo de prova com 30% de fibras de rami, ou seja, aquele com maior tenacidade, não foi separado em duas partes após o impacto. Na verdade, para alguns destes corpos de prova o impacto do martelo Charpy 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 20% de fibras de rami a trinca procede pela matriz até total ruptura. Entretanto com 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 (Figura 3), para o corpo de prova com 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 hidrofóbicas enquanto a matriz polimérica é hidrofóbica.⁽¹⁾

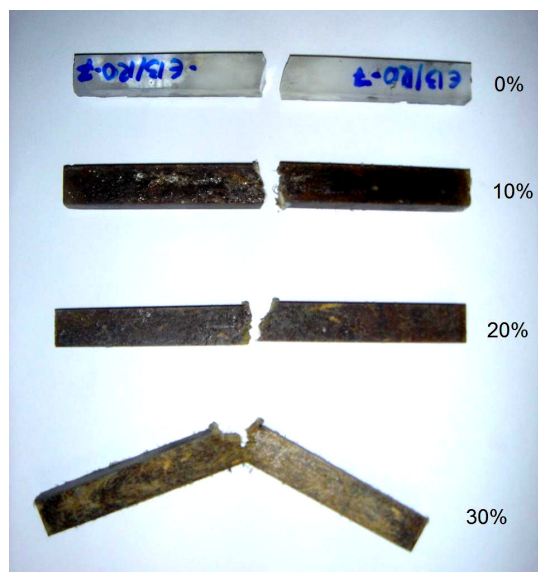


Figura 3. Corpos de prova típicos de compósitos de matriz poliéster com diferentes frações volumétricas de fibra de rami, rompidos por impacto Charpy.

Observações por MEV nas Figuras 4 e 5 permitem ter-se melhor compreensão do mecanismo responsável pelo aumento exponencial, 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 4 b), 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.

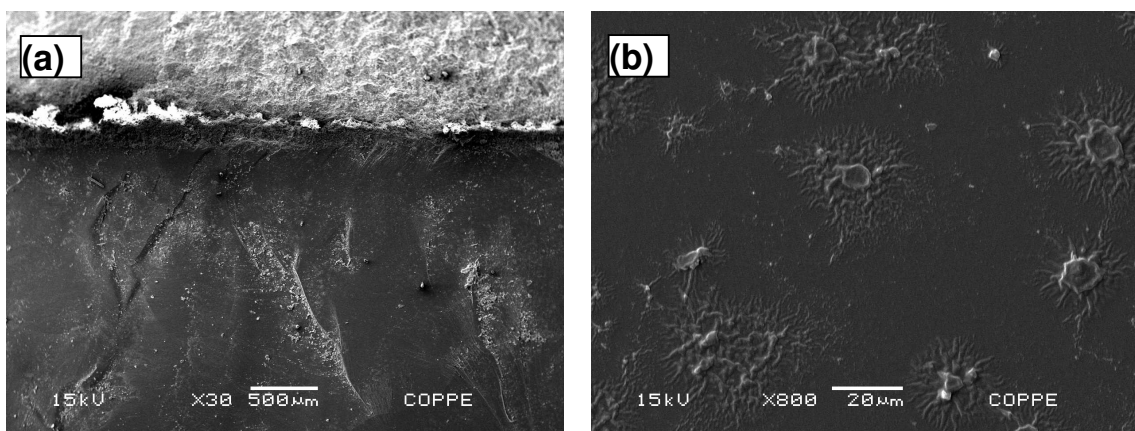


Figura 4 – Superfície de fratura do corpo de prova de epóxi pura (0% de fibra de rami): (a) Vista geral com baixo aumento e (b) detalhes com maior aumento

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 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.⁽²³⁾ Isto resulta em uma área longitudinal de fratura relativamente grande se comparada à fratura transversal dos corpos de prova com até 20% 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.⁽²³⁾ Resultados similares foram encontrados em compósitos de matriz poliéster reforçadas com fibra de rami.⁽²⁰⁾ Isto indica que a fibra de rami, além de resistente, proporciona elevada tenacidade às matrizes poliméricas por ela reforçadas.

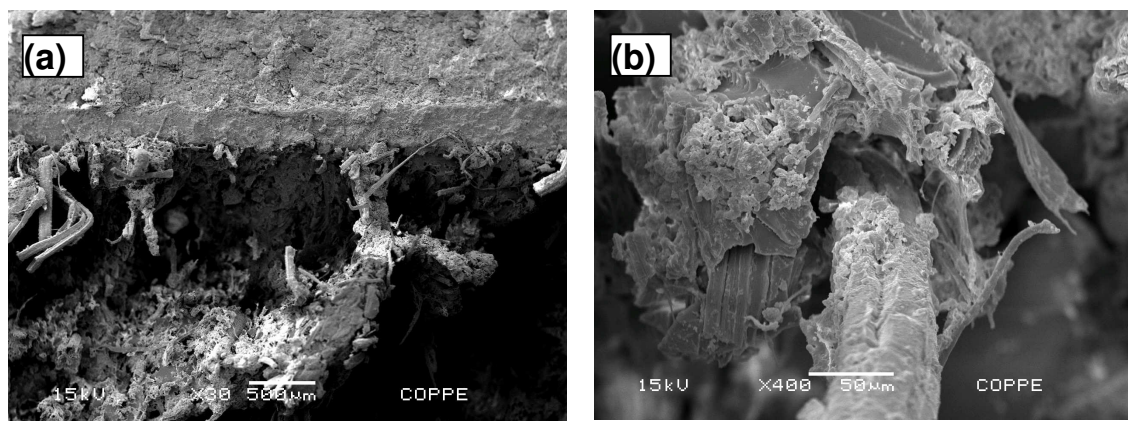


Figura 5. Superfície de fratura do corpo de prova do compósito epoxídico com 30% de fibras de rami (a) Vista geral com baixo aumento; (b) detalhes com maior aumento.

4 CONCLUSÕES

Compósitos com matriz epoxídica reforçada com fibras contínuas e alinhadas de rami apresentam um aumento exponencial na tenacidade, medida por impacto Charpy, 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 20% estão associadas à fratura incompleta de corpos de prova devido à flexibilidade das fibras de rami que, a pesar do impacto curvam-se, mas não são rompidas.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CNPq, CAPES e FENORTE/TECNORTE. É também motivo de agradecimento a permissão para uso do equipamento Charpy 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 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.
- 20 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.
- 21 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.
- 22 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.
- 23 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.