ANÁLISE DA RESISTÊNCIA AO IMPACTO CHARPY DE COMPÓSITOS COM FIBRAS ALINHADAS DE CURAUÁ REFORÇANDO MATRIZ DE RESINA EPÓXI¹

Ailton da Silva Ferreira² Sergio Neves Monteiro³ Felipe Perissé Duarte Lopes⁴ Regina Coeli Martins Paes Aquino⁵

Resumo

Analisou-se a resistência ao impacto de compósitos com matriz epoxídica DGEBA/TETA, estequiométrica, reforçada com até 30% em peso de fibras contínuas e alinhadas de curauá. Ensaios de impacto Charpy foram realizados em corpos de prova padrão, obtidos por prensagem à temperatura ambiente, após 24 horas de cura da matriz epóxi. Parte da superfície de fratura foi analisada por microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que a tenacidade ao entalhe, medida pela energia absorvida no pêndulo de impacto Charpy, aumentou com a quantidade de fibra de curauá no compósito. Acima de 10% de fibra, os corpos de prova sofreram somente ruptura parcial devido à natureza das trincas que tendem a se propagar na interface entre a fibra e a matiz sem o rompimento das fibras e, consequentemente, total separação do compósito.

Palavras-chave: Impacto Charpy; Fibra de curauá; Compósito; Matriz epoxídica.

ANALYSIS OF THE IMPACT STRENGTH OF EPOXY COMPOSITES REINFORCED WITH ALIGNED CURAUA FIBERS

Abstract

The impact strength of epoxy composites with stoichiometric DGEBA/TETA matrix reinforced with up to 30 wt.% of continuous and aligned curauá fibers has been analyzed. Charpy tests were performed on normalized press-molded specimens cured at room temperature for 24 hours. Part of the fracture surface of the specimens was analyzed by scanning electron microscopy. The results showed that the notch toughness, measured by the Charpy pendulum hammer absorbed energy, increased with the amount of fiber in the composite. Above 10 wt.% of fiber, the specimens suffered only partial rupture due to crack propagation in between the fiber/matrix interface, which prevents final rupture of the fibers and, hence, the composite separation.

Key words: Charpy impact test; Curaua fiber; Composites.

¹ Contribuição técnica ao 63° Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1° de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

 ² Doutorando, 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. ailtonsilvaferreira@yahoo.com.br
³ Dirberto Lamego Titologia AMAV, COLTUENF, Av. Alberto Lamego, 2000, 28015-620,

³ PhD, Professor Titular, LAMAV – CCT/UENF.

⁴ Graduando, LAMAV – CCT/UENF.

⁵ D.Sc., Professora, CEFET – Campos, Campos dos Goytacazes -RJ.

1 INTRODUÇÃO

Fibras de curauá extraídas das folhas da espécie *Ananas erectifolius*, nativa da região Amazônica, destacam-se entre as outras fibras lignocelulósicas cultivadas por suas características físicas e químicas bem como propriedades mecânicas.⁽¹⁻⁶⁾ Estas características e propriedades vêm sendo investigadas visando o uso das fibras de curauá como reforço em compósitos poliméricos⁽⁷⁻¹⁰⁾ e já motivaram seu emprego em setores industriais como o automobilístico.⁽¹¹⁻¹²⁾

Em particular, a utilização de fibras contínuas e alinhadas de curauá como reforço de matriz poliéster⁽⁹⁾ permitiu que fossem fabricados compósitos com resistência mecânica da ordem de 100 MPa. As características da fibra de curauá estruturadas como filamentos⁽¹³⁾ conferem à matriz polimérica uma certa capacidade de reforço ao compósito. Estas características microestruturais também favorecem a tenacidade de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas e alinhadas de curauá.

Em recente trabalho,⁽¹⁴⁾ verificou-se que compósitos de matriz poliéster apresentam um significativo aumento na tenacidade ao entalhe, medida por meio de ensaio Charpy, em função da quantidade de fibra de curauá. O efeito da resistência das fibras de curauá nestes compósitos é de tal ordem que, para frações acima de 10%, os corpos de prova não mais se rompem em partes separadas após o impacto. Sugeriu-se⁽¹⁴⁾ que o efeito positivo causado na tenacidade destes compósitos seria devido à baixa tensão interfacial entre a fibra de curauá e a resina poliéster. Isto acarretaria maior energia absorvida no impacto.⁽¹⁵⁾

Tendo em vista os resultados obtidos até agora, o objetivo do presente trabalho foi analisar a resistência ao impacto de compósitos com outro tipo de matriz polimérica termofixa. Escolheu-se então a resina epóxi que, embora mais cara, poderia oferecer maior aderência às fibras contínuas e alinhadas de curauá.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As fibras de curauá foram adquiridas da empresa Itauá Agroindustrial na forma de grandes mechas. Uma análise estatística efetuada com 100 fibras individuais revelou uma distribuição de comprimentos e diâmetros apresentados na Figura 1. Estas distribuições correspondem a um comprimento médio de 846,25 mm e um diâmetro médio de 0,07mm.

Após um processo de limpeza e secagem em estufa a 60° C, as fibras foram individualmente separadas e colocadas de forma contínua em toda a extensão de 125 mm de um molde retangular de aço com dimensões de 152 x 125 mm. Resina epoxídica do tipo éter diglicidílico do bisfenol A (DGEBA) misturada ao endurecedor trietileno tetramina (TETA) na proporção estequiométrica correspondente ao phr =13 (13 partes de endurecedor por 100 partes de resina), foi adicionada ao molde juntamente com as fibras de curauá em frações de 0%, 10%, 20% e 30%. Os compósitos fabricados foram deixados curar por 24 horas à temperatura ambiente de aproximadamente 25°C. As placas correspondentes a cada fração de fibra de curauá foram cortadas segundo a direção de alinhamento das fibras em barras medindo 125 x 12,7 x 10 mm para confecção de corpos de prova padrão Charpy, de acordo com a norma ASTM D-256. O entalhe de 2,54 mm de profundidade com ângulo de 45° e raio de curvatura de 0,25 mm na ponta, foi fresado com ferramenta de aço rápido para maior precisão.





Ensaios Charpy foram conduzidos em um pêndulo EMIC, conforme descrito em outra publicação.⁽¹⁴⁾ A energia de impacto, característica da tenacidade do material, foi obtida como média estatística de 10 corpos de prova para cada fração de fibra de curauá, utilizando-se sempre o mesmo martelo de 2,7 J.

Embora a maioria dos corpos de prova não fosse totalmente rompida, isto é, separada em duas partes, amostras da superfície fraturada existente foram cortadas para analise por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Estas amostras da região de fratura foram montadas em suporte próprio, metalizadas com ouro, para boa condução elétrica, e observadas em um microscópio Jeol, modelo JSM-460 LV do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, PEMM/COPPE/UFRJ, utilizando elétrons secundários acelerados a 15 kV.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A variação da energia específica, obtida pela norma para ensaio Charpy, em função da fração em peso das fibras de curauá nos compósitos epoxídicos está mostrada na Figura 2. Observa-se no gráfico desta figura que a incorporação de fibra de curauá como reforço à matriz epoxídica aumenta significativamente a tenacidade do compósito. Dentro dos limites das barras de erro, estatisticamente correspondentes ao desvio padrão, o aumento pode ser considerado linear, obedecendo à relação.

$$E = 3,0 F + 16,8$$
 (1)

onde E é a energia de impacto e F a fração em peso das fibras de curauá.

Vale mencionar que a dispersão dos valores de energia mostrada na Figura 2 aumenta sensivelmente com a fração de fibra de curauá. Ou seja, quanto maior a quantidade de fibra incorporada, maior se torna o desvio padrão. Esta imprecisão nos valores é reconhecida como uma característica da heterogeneidade própria das fibras lignocelulósicas.⁽¹⁶⁾



Figura 2 – Variação da energia de impacto Charpy de compósitos epoxídicos com a fração em peso do reforço de fibras de curauá.

O comportamento registrado na Figura 2 é similar ao obtido para ensaios Charpy do mesmo tipo de fibra de curauá reforçando matriz de poliéster ⁽¹⁴⁾. Este comportamento também é consistente com outros resultados de impacto, tanto de fibras sintéticas⁽¹⁷⁾ quanto naturais,^(7,18) nos quais o reforço fibroso aumenta a tenacidade ao impacto de compósitos com matriz polimérica. A Tabela 1 apresenta valores da tenacidade ao impacto obtidos em compósitos de matriz tanto termofixa quanto termoplástica, reforçadas com diferentes fibras naturais.

Compósito	Fibra (%	Martelo	Tenacidade ao	Referência
	em peso)		Impacto (J/m)	
Curauá/epóxi	30 (contínua)	Charpy	103	Presente trabalho
Curauá/Poliéster	40 (contínua)	Charpy	170	(14)
Piaçava/Poliéster	40 (contínua)	Charpy	94	(18)
Curauá/PP	50 (picada)	Izod	54	(7)
Madeira/PP	50 (picada)	Izod	28	(7)
Coco/PP	50 (picada)	Izod	46	(7)
Linho/PP	50 (picada)	Izod	38	(7)
Juta/PP	50 (picada)	Izod	39	(7)
Sisal/PP	50 (picada)	Izod	51	(7)

Tabela 1 – Valores de tenacidade ao impacto de fil	ibras naturais.
--	-----------------

Observa-se na Tabela 1 que os compósitos de matriz termofixa reforçada com fibras alinhadas e contínuas apresentam tenacidade ao impacto bem superior àqueles com matriz de polipropileno reforçada com fibras picadas, ou seja, curtas e aleatórias.⁽⁷⁾ A razão para esta maior tenacidade dos compósitos com fibras contínuas e alinhadas pode ser explicada pelas características da ruptura durante o impacto. Na realidade, uma baixa resistência interfacial fibra/matriz, como no caso da fibra de curauá relativamente a uma resina polimérica,⁽⁶⁾ contribui para uma ineficiente transferência de esforços mecânicos da matriz para a fibra. Isto resulta

em trincas interfaciais, ramificadas e associadas à maior energia absorvida no impacto. $^{(15)}$

Outro fator que também contribui para maior tenacidade associada ao reforço de fibras contínuas e alinhadas de curauá à matriz polimérica é a resistência ao dobramento destas fibras. Como conseqüência desta resistência, constatou-se que compósitos com matriz poliéster não sofreram ruptura total após ensaio de impacto.⁽¹⁴⁾ No caso da matriz epoxídica do presente trabalho, as características da ruptura dos corpos de prova após o ensaio Charpy estão mostradas na Figura 3.



Figura 3 – Aspectos macroestruturais da ruptura por impacto Charpy de compósitos de matriz epoxídicas com diferentes frações de fibras de curauá.

Nota-se na Figura 3 que a incorporação de fibras de curauá ocasiona, macroestruturalmente, uma diferença significativa entre os corpos de prova dos compósitos relativamente aos de epóxi pura. A partir de 10% de incorporação, alguns corpos de prova não se separam totalmente após o impacto. Com 30% de incorporação, praticamente todos os corpos de prova, embora dobrados, permaneceram inteiros (Figura 3), com o impacto Charpy. O principal motivo para essa resistência à separação é o comportamento das fibras contínuas de curauá que não se romperam com o impacto. O mesmo comportamento foi registrado para compósitos com matriz de poliéster.⁽¹⁴⁾

A existência de fibras de curauá contínuas e alinhadas no compósito altera o seu modo de ruptura. Para a epóxi pura, ou qualquer outra resina pouco tenaz como a poliéster, a ruptura após o impacto é frágil e transversal. Entretanto, mesmo com somente 10% de fibra, a ruptura já é parcialmente transversal e relativamente tenaz. Trincas geradas no entalhe devido ao impacto iniciam uma propagação transversal pela matriz polimérica que é pouco tenaz. Ao se defrontarem com as resistentes fibras de curauá,^(4,9) estas trincas mudam a direção de propagação para um sentido longitudinal que tende a acompanhar a interface fibra/matriz, relativamente menos resistente.⁽⁶⁾ Embora não pareça lógico, uma baixa resistência interfacial está associada à maior tenacidade⁽¹⁵⁾ por gerar maior área de fratura, o que se traduz em maior energia absorvida no impacto.

Casos em que os corpos de prova Charpy não se rompam por maior que seja o martelo empregado, como no presente trabalho, não estão previstos na norma ASTM D 256. Esses casos não podem ser comparados com outros nos quais o corpo de prova é totalmente separado. Ainda assim, vale afirmar que os compósitos de curauá apresentam maior tenacidade, pois os valores indicados na Figura 2 estão subestimados por não ter ocorrido rompimento total das fibras de curauá.

Melhor compreensão dos mecanismos relacionados à tenacidade dos compósitos reforçados com fibras contínuas e alinhadas de curauá pode ser obtida pela análise por MEV da fratura por impacto. A Figura 4 apresenta a fractografia por MEV de um corpo de prova de epóxi pura.



Figura 4 – Fratura Charpy do corpo de prova de resina epóxi. (a) 27 x; (b) 800 x.

Com menor aumento (Figura 4(a), tem-se uma faixa horizontal mais clara, parte superior, correspondente ao entalhe feito pela fresa. A parte inferior, mais escura, corresponde à superfície transversal da fratura ocasionada pelo impacto. Com maior aumento (Figura 4(b), esta superfície de fratura revela aspectos e marcas que podem estar associados à ruptura por propagação de uma trinca nucleada a partir do entalhe. Estes aspectos, inclusive pequenas depressões resultantes da porosidade introduzida pelas condições de processamento, são típicos de polímeros termofixos com baixa tenacidade.^(14,18)

A Figura 5 ilustra a típica superfície de fratura por impacto de um corpo de prova com 30% de fibras contínuas e alinhadas de curauá. Com baixo aumento, Fig. 5(a), observa-se a superfície do entalhe como uma fixa horizontal superior contendo as marcas arredondadas das fibras cortadas pela fresa. Na parte inferior, tem-se a superfície transversal de fratura, com fibras de curauá projetando-se da matriz epoxídica. Em todas essas fibras são visíveis os filamentos que as constituem e que foram separados, individualmente, devido ao processo de ruptura por impacto. Também na Fig. 5(a), notam-se alguns vazios redondos correspondentes à porosidade introduzida durante a fabricação do compósito. Esta porosidade tende a reduzir a resistência ao impacto, mas é por larga margem compensada pelo modo de propagação das trincas que aumenta substancialmente a energia absorvida no ensaio Charpy, como descrito a seguir.



Figura 5 – Fratura por impacto do corpo de prova do compósito com 30% de fibras de curauá: (a) 27 x; (b) 1700 x.

A Figura 5(b) mostra um detalhe da interface entre a matriz epoxídica (esquerda) e uma fibra de curauá (direita). A fibra está desagregada nos filamentos cilíndricos que a compõem.⁽¹³⁾ Esses filamentos projetam-se para fora do foco, feito na superfície da matriz. O detalhe mais importante da Figura 5(b) é a separação existente na interface fibra/matriz. Nesta separação, do lado da matriz epoxídica, ficou nitidamente impressa a marca dos filamentos que dali se desprenderam. Isto indica, como havia sido relatado em outra publicação de fibras de curauá reforçando matriz de poliéster,⁽¹⁴⁾ que ocorreu propagação de trinca pela interface. Este comportamento corrobora o mecanismo de ruptura entre a fibra de curauá e a matriz epoxídica associado à fraca resistência interfacial.⁽⁶⁾ Assim, a maior área de fratura dos compósitos como conseqüência do reforço de fibras com baixa tensão de cisalhamento na interface com a matriz, justifica a elevada energia absorvida no impacto ⁽¹⁵⁾. Naturalmente que, quanto maior a fração de fibras contínuas e alinhadas de curauá, maior a superfície de ruptura interfacial e, consequentemente, maior energia absorvida no impacto como a mostra a Figura 2.

4 CONCLUSÕES

Compósitos com matriz epoxídica do sistema estequiométrico DGEBA/TETA, reforçados com fibras contínuas e alinhadas de curauá, apresentam significativo aumento na energia específica medida através de ensaios de impacto Charpy.

Essa energia associada à tenacidade ao entalhe, aumenta linearmente com a fração reforçadora de fibras. O aumento é decorrente de maior área de fratura devido à propagação de trincas na interface relativamente fraca entre a fibra de curauá e matriz epoxídica.

Este aumento na energia absorvida no impacto é, em parte, devido também ao dobramento das resistentes fibras de curauá que não são rompidas após o golpe do martelo Charpy.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CNPq, Capes e FENORTE/TECNORTE. É também motivo de agradecimento a permissão para uso do equipamento de impacto, por parte da Prof^a Regina Sandra Veiga Nascimento do Instituto de Química da UFRJ, bem como do MEV do PEMM/COPPE/UFRJ.

REFERÊNCIAS

- 1 CARASCHI, J.C.; LEÃO, A.L. Chemical and thermal characterization of curaua fiber. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON FRONTIERS OF POLYMERS AND ADVANCED MATERIALS, Poznan, Polonia, 1999, p. 13-14.
- 2 CARASCHI, J.C.; LEÃO, A.L. Characterization of curaua fiber. **Mol. Crys. Liq. Cryst.**, v. 353, p. 149-152, 2000.
- 3 MONTEIRO S.N.; DE DEUS, J.F.; d'ALMEIDA, J.R.M. Mechanical and structural characterization of curaua fibers. In: PROCEEDINGS OF CHARACTERIZATION OF MINERALS, METALS & MATERIALS - TMS CONFERENCE, San Antonio, EUA, Março, 2006, p. 1-7.
- 4 TOMCZAK, F.; SATYANARAYANA, K.G.; SYDENSTRICKER, T.H.D. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil: Part III Morphology and properties of Brazilian curaua fibers. **Composites: Part A**. v. 38, p. 2227-2236, 2007.
- 5 MARQUES, G.; GUTIERREZ, A.; DEL RIO, J.C. Chemical characterization of lignin and lipophilic fractions from leaf fibers of curaua (*Ananas erectifolius*). J. Agric. Food Chem. v. 55, p. 1327-1336, 2007.
- 6 MONTEIRO, S.N.; AQUINO, R.C.M.P.; LOPES, F.P.D. Performance of curaua fibers in pullout tests. **J. Mater. Sci.** v. 43, p.489-493, 2008.
- 7 LEÃO, A.L.; TAN, I.H.; CARASCHI, J.C. Curaua fiber A tropical natural fiber from Amazon – Potential and applications in composites. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ADVANCED COMPOSITES, Hurghada, Egito, Maio, 1998, p. 557-564.
- 8 DE ARAUJO, C.R.; PERLAZA, L.C.; MOTHÉ, C.G. Thermal properties of commercial and castor oil polyurethane composites with curaua fiber. **Natural Polym. and Composites**, v. 4, p. 547-550, 2002.
- 9 MONTEIRO, S.N.; AQUINO, R.C.M.P.; LOPES, F.P.D.; CARVALHO, E.A.; D'ALMEIDA, J.R.M. Comportamento mecânico e características estruturais de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas e alinhadas de curauá. **Revista Matéria**, v. 11, n. 3, p. 197-203, 2006.
- 10 MONTEIRO, S.N.; FERREIRA, A. S.; AQUINO, R.C.M.P.; LOPES, F.P.D.; d'ALMEIDA, J.R.M. Fracture behavior of curaua fiber reinforced polyester composites, In: PROCEEDINGS OF CHARACTERIZATION OF MINERALS, METALS & MATERIALS - TMS CONFERENCE, Orlando, EUA, Fevereiro, 2007, p. 1-6.
- 11 LEÃO, A.L.; ROWELL, R.; TAVARES, N. Application of natural fibers in automotive industry in Brazil. Science and Technology of Polymers and Advanced Materials. Nova York: Plenum Press, 1998, p. 755-761.
- 12 ZAH, R.; HISCHIER, R.; LEÃO, A.L.; BROWN, I. Curaua fibers in automobile industry A sustainability assessment. **J. Cleaner Production**, v. 15, p. 1032-1040, 2007.
- 13 MONTEIRO, S.N.; RANGEL, J.J.A. Efeito da micromorfologia das fibras de curauá como reforço em compósitos de matriz polimérica. In: 62° CONGRESSO ANUAL DA ABM, Julho de 2007, Vitória, ES, p. 748-756.
- 14 MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D. Ensaios de impacto em compósitos poliméricos reforçados com fibras de curauá. In: 62º CONGRESSO ANUAL DA ABM, Julho de 2007, Vitória, ES, p. 871-879.
- 15 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.

- 16 BLEDZKI, A.K.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose-based fibres. **Prog. Polym. Sci**, v. 24, p. 221-274, 1999.
- 17 FU, S.Y.; LAUKE, B.; MÄDER, E.; Hu, X.; YUE C.Y. Fracture resistance of shortglass-fiber-reinforced and short-carbon-fiber-reinforced poly-propylene under charpy impact load and its dependence on processing. J. Mater. Process. Technol., v. 89/90, p. 501-507, 1999.
- 18 MONTEIRO, S.N.; AQUINO, R.C.M.P.; LOPES, F.P.D.; CARVALHO, E.A.; D'ALMEIDA, J.R.M. Tenacidade ao entalhe por impacto Charpy de compósitos de poliéster reforçados com fibras de piaçava. **Revista Matéria**, v. 11, n. 3, p. 204-210, 2006.