

ANÁLISE DE WEIBULL DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DE COMPÓSITOS DE ALTO DESEMPENHO DE MATRIZ EPÓXI REFORÇADA COM FIBRAS NATURAIS DE CURAUÁ*

Noan Tonini Simonassí¹
Sergio Neves Monteiro²

Resumo

Abundantes ao redor do mundo, basicamente a maioria das plantas produzem estruturas fibrosas. A extração destas fibras normalmente se dá por processos simples e de baixo custo quando sequer são necessários. Recentemente, a preocupação crescente com o impacto ambiental provocado pela sociedade moderna levou a comunidade científica a buscar novas tecnologias e fontes de recursos sustentáveis. Nessa perspectiva, fibras naturais lignocelulósicas são estudadas para uso como materiais de engenharia e sugeridas como possíveis substitutas em setores onde fibras sintéticas são tradicionalmente utilizadas. O presente trabalho, por sua vez, tem como objetivo de se criar compósitos de matriz epóxi de alto desempenho mecânico reforçados com fibras naturais de curauá. A fibra de curauá apresenta resistência reportada na literatura de até 3000 MPa. Contudo, a dificuldade de se criar uma boa interface entre matriz e reforço faz com que os maiores resultados de compósitos de matriz polimérica apresentem uma perda de desempenho mecânico em relação ao valor teórico esperado e apresentem dispersão estatística elevada. Nesse trabalho, os resultados de resistência a tração demonstram que a predefinição dos parâmetros de processamento pode elevar a resistência mecânica do material que chega a valores de 335 MPa com uma dispersão de cerca de 6%.

Palavras-chave: Ensaaios de tração; Compósitos; Epóxi; Curauá; Alto desempenho.

WEIBULL ANALYSIS OF TENSILE STRENGTH OF HIGH-PERFORMANCE EPOXY MATRIX COMPOSITES REINFORCED WITH CURAUA NATURAL FIBERS

Abstract

Abundant around the world, basically most kind of plants produces fibrous structures. The extraction of these fibers usually occurs by simple and low cost processes if they are even needed. Recently, the growing concern about the environmental impact caused by modern society has led the scientific community to seek new technologies and sources of sustainable resources. In this perspective, natural lignocellulosic fibers are studied for use as engineering materials and suggested as possible substitutes in sectors where synthetic fibers are traditionally used. Thus, the present work has the objective of creating composites of epoxy matrix of high mechanical performance reinforced with curaua natural fibers. The curauá fiber has reported resistance in the literature up to 3000 MPa. However, the difficulty of creating a good interface between matrix and reinforcement makes the higher results of polymer matrix composites present a loss of mechanical performance when compared with the expected theoretical value and have a high statistic dispersion. In this work, tensile strength results demonstrate that the presetting of the processing parameters can raise the mechanical strength of the material up to 335 MPa with a dispersion of about 6%.

Keywords: Tensile tests; Composites; Epoxy; Curaua; High performance.

¹ Engenheiro Metalúrgico, Mestre em Ciências, em Ciências dos Materiais. Doutorando em Ciências, em Ciências dos Materiais, Subdivisão de Engenharia de Materiais. Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Engenheiro de Materiais, PhD em Engenharia dos Materiais, Professor. Subdivisão de Engenharia de Materiais. Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Encontradas em abundância na natureza, fibras naturais oriundas de animais, plantas e até minerais são utilizadas desde tempos antigos na manufatura de utensílios do uso cotidiano ou mesmo na construção civil [1]. Um dos motivos se dá ao fato de estas fibras possuírem boas características técnicas e serem de fácil extração que requer pouco, ou nenhum recurso tecnológico. O avanço contínuo no desenvolvimento de novos materiais e tecnologias levou à perda de mercados tradicionalmente ocupados por fibras naturais por fibras sintéticas, como é o caso da indústria têxtil.

Entretanto, a consciência ambiental da humanidade vem crescendo nos últimos anos. As preocupações com o impacto que a sociedade tem causado no mundo vem conduzindo a comunidade científica em uma busca por tecnologias alternativas e sustentáveis. Nesse novo panorama, as fibras naturais, em especial as lignocelulósicas oriundas de plantas, tais como: sisal, coco, juta, rami, algodão, cânhamo, bambu, curauá, dentre outras vem sendo estudadas como possíveis alternativas ao uso de fibras sintéticas [2-14].

As fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) possuem vantagens sociais, ambientais e econômicas quando comparadas com as fibras sintéticas, além de apresentarem boas características técnicas [8]. Essas fibras aliam boa resistência mecânica a uma relativa baixa densidade e um considerável baixo custo. Além disso o cultivo e extração de FNLs representam fontes de renda em regiões de baixo desenvolvimento econômico levando ao sustento de comunidades de baixa renda. Contudo, as FNLs possuem baixa temperatura de degradação, o que limita seu uso e também uma dispersão elevada em suas propriedades mecânicas.

Uma das aplicações mais estudadas é o uso das FNLs como fase reforço em compósitos de matriz polimérica para uso em diversas indústrias, como o caso da automobilística [15-17]. Mais recentemente, compósitos reforçados com estas fibras são sugeridos como alternativas na indústria de defesa com seu uso em sistemas de blindagem multicamada [18,19].

Além dessas vantagens plantas como o curauá (*Ananas erectifolius*), uma bromeliácea de origem amazônica, é uma planta que pode ser cultivada em terrenos degradados, promovendo uma recuperação parcial do solo e gerando um sustento a famílias inteiras [20]. Esta planta possui folhas que podem chegar até 1,5 m de comprimento [21] de onde são extraídas fibras e que levam o mesmo nome da planta. As fibras do curauá são de fácil extração e possuem elevada resistência mecânica reportada na literatura [8]. Assim, é de se esperar que compósitos reforçados com esta fibra apresentem alto desempenho mecânico. A tabela 1 mostra alguns dos valores de resistência a tração de compósitos reforçados com fibras de curauá para diferentes frações volumétricas e diferentes matrizes.

Tabela 1: Propriedades da fibra de curauá quando incorporada em diferentes quantidades, matrizes e tratamentos. Adaptado de Santos¹ et al. [22]; Lopes² [23] Da Luz e Lenz³ [24], Gomes⁴ et al.[25].

Matriz	Fração de fibra (%)	Resistência à Tração (MPa)	Tratamento
Poliamida-6 ¹	20 (%Mas) *	80	N/A***
Poliéster ²	30 (%Vol) **	86,9	N/A
Poliéster ²	40 (%Vol)	103,2	N/A
Epóxi ²	30 (%Vol)	89,5	N/A
Epóxi ²	35 (%Vol)	95,2	N/A
Polipropileno ³	10 (%Mas)	27	N/A
Resina à base de Amido ⁴	78 (%Mas)	216	N/A
Resina à base de Amido ⁴	70 (%Mas)	275	“Pre-forming” e Mercerização
Resina à base de Amido ⁴	70 (%Mas)	327	“Prepreg” e Mercerização

*Fração volumétrica de fibras. **Fração mássica de fibras. ***Não aplicado.

Ao observar a tabela 1 fica evidente que a variação dos parâmetros de processamento, como fase matriz selecionada, fração de fibra incorporada e o tipo de tratamento feito no compósito possuem direta influência na resistência mecânica do material. Dessa maneira, o objetivo deste trabalho foi o de se confeccionar compósitos de alto desempenho reforçados com fibras de curauá. Preocupações como as definições dos parâmetros de processamento do material foram levadas em consideração afim de se determinar a relevância destes e de se obterem os compósitos reforçados com fibra natural de curauá mais resistentes da literatura.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As fibras utilizadas nesse trabalho foram obtidas através da empresa Permatec Triagel na forma de cachos. As fibras foram então, lavadas e secas em estufa. Subsequentemente estas foram escovadas afim de se retirar impurezas de etapas anteriores de processamento e selecionadas com relação ao seu diâmetro de modo que apenas as fibras finas fossem selecionadas. Da mesma forma que outras fibras naturais, as fibras de curauá possui suas propriedades inversamente proporcionais ao seu diâmetro [26]. A seleção de fibras finas (diâmetro médio menor do que 0,08 mm) foi considerado um parâmetro de processamento e, em trabalhos anteriores foi verificado que a seleção de fibras finas leva a um aumento de desempenho. As fibras foram então cortadas no tamanho de 12 cm e postas a secar em uma estufa por 24 h à 60 °C para que fosse eliminada a umidade em sua superfície.

O processo de seleção das fibras finas foi realizado por exclusão das fibras de maior diâmetro de maneira manual. As fibras de menor diâmetro possuem uma coloração mais esbranquiçada e são quase transparentes em contraste com as fibras de maior diâmetro que possuem uma coloração mais amarelada. Essa característica facilita a separação das fibras que é ilustrado na figura 1.

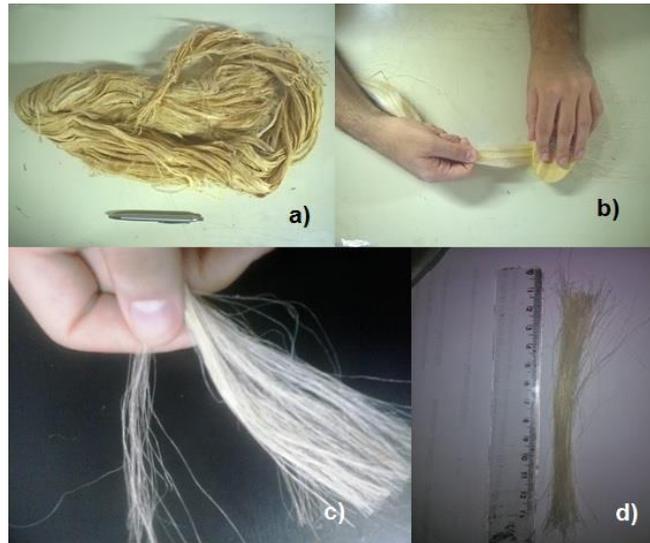


Figura 1: Os cachos da fibra como fornecidos (a) processo de escovação (b), separação manual (c) e fibras cortadas no tamanho do molde (d).

A fase matriz utilizada na confecção dos compósitos foi a resina epóxi DGEBA misturada ao iniciador TETA fornecida pela empresa Epoxyfiber. A resina é misturada ao iniciador na proporção de 13% em massa de iniciador para resina. Após a mistura, o processo de intercruzamento das cadeias poliméricas se inicia e ocorre a cura do polímero que se torna rígido.

Para a confecção do compósito, a mistura DGEBA/TETA é posta a curar em um molde de 12 por 15 cm com as fibras contínuas e alinhadas no sentido de 12 cm. A massa específica de 1,5 g/cm³ das fibras foram utilizadas para calcular a massa de fibra a ser utilizada na confecção de compósitos com 80 % em fração volumétrica (90% em fração mássica de fibras). A mistura resina/fibra é, então posta em uma mesa vibratória com frequência de vibração de 60 Hz por cerca de 25 minutos onde a agitação atua na retirada de bolhas que escoam da reação de cura do polímero. Por fim o molde é fechado e posto a curar por 24 h em sob uma pressão de 10 ton (aproximadamente 10 MPa). Após o período de cura do polímero, os compósitos foram retirados na forma de placas com dimensões de 120 x 150 x 2 mm que foram, em seguida cortados em dimensões de 10 x 150 mm para as confecções dos corpos de prova. A figura 2 mostra as fibras sendo colocadas no molde juntamente com a resina enquanto que a figura 3 mostram os corpos de prova cortados.



Figura 2: Fibras de curauá sendo postas no molde juntamente com a resina para a confecção das placas de compósito.



Figura 3: Corpos de prova cortados.

Os corpos de prova foram lixados afim de melhorar o acabamento superficial e colocar as tolerâncias dentro da norma ASTM D 3939. Em seguida os corpos de prova foram submetidos à pós-cura em estufa a 80 °C por 2 h. Por fim, os ensaios de tração foram realizados em uma máquina ISTRON modelo 3365 a uma taxa de deformação de 2 mm/ min. No Laboratório de Ensaio Não-destrutivos Corrosão e Soldagem (LNDC) da COPPE/UFRJ em temperatura controlada de 25 °C.

Em trabalhos anteriores, os parâmetros de processamento como, tempo e temperatura de aquecimento das fibras na estufa, temperatura de pós cura dos compósitos tempo de mistura das fibras e resina, pressão e fração volumétrica foram pré-estabelecidos de modo a aumentarem a eficiência dos compósitos. Os parâmetros de processamento descritos em materiais e métodos foram descritos como o resultado de análises críticas de trabalhos anteriores juntamente com resultados de trabalhos paralelos.

Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística de Weibull com o auxílio do programa Weibull Analysis e a superfície de fratura foi observada por técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com o microscópio FEI Quanta FEG 250 do Instituto Militar de Engenharia.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A seguir, serão apresentados os resultados de ensaio a tração obtidos com os compósitos estudados nesse trabalho. A figura 4 apresenta o aspecto da fratura apresentada pelos corpos de prova. O tipo de fratura apresentada na figura 4 é previsto pela norma ASTM D 3939 e é típico para compósitos reforçados com alta fração volumétrica de fibra. Por sua vez, a tabela 1 apresenta os resultados obtidos nos ensaios. É válido ressaltar que alguns dos corpos de prova não apresentaram ruptura, por isso os resultados não foram inclusos na tabela 1.



Figura 4: Aspecto macroscópico da fratura apresentado pelos corpos de prova estudados nesse trabalho.

Tabela 1: Resistência a tração de compósitos de matriz epóxi reforçada com fibras finas de curauá em 80% de fração volumétrica (90% em fração mássica).

Corpo de prova	Resistência a Tração (Mpa)
1	322,7
2	332,2
3	293,0
4	303,5
5	342,9
6	355,0
7	329,6
Média	325,7 ± 21,5

Os maiores resultados de compósitos de matriz polimérica reforçada com fibras de curauá são reportados por Gomez et al. [25] com um valor de 327 MPa. Entretanto, como pode ser observado na tabela 1, a maioria dos resultados apresentou uma resistência superior, chegando a 355,0 Mpa. É válido notar também que o desvio observado de cerca de 6% em relação ao valor da média o que significa que a dispersão dos resultados é baixa. Esse comportamento é incomum em compósitos reforçados com fibras naturais e é justificado pela melhora na interface entre reforço e matriz provocado pela pressão exercida durante a cura da matriz. Essa boa interface é evidenciada nas figuras 5 e 6 que são as imagens da superfície de fratura obtidas por MEV.

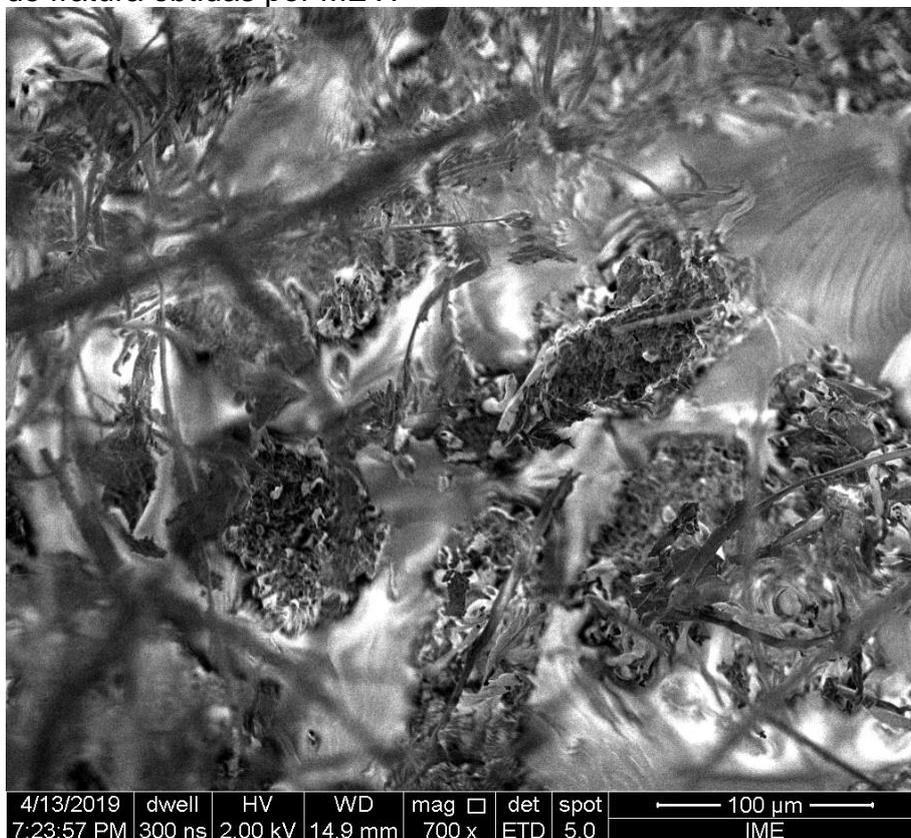


Figura 5: Fibras rompidas juntamente à matriz em sentido perpendicular a orientação das fibras.

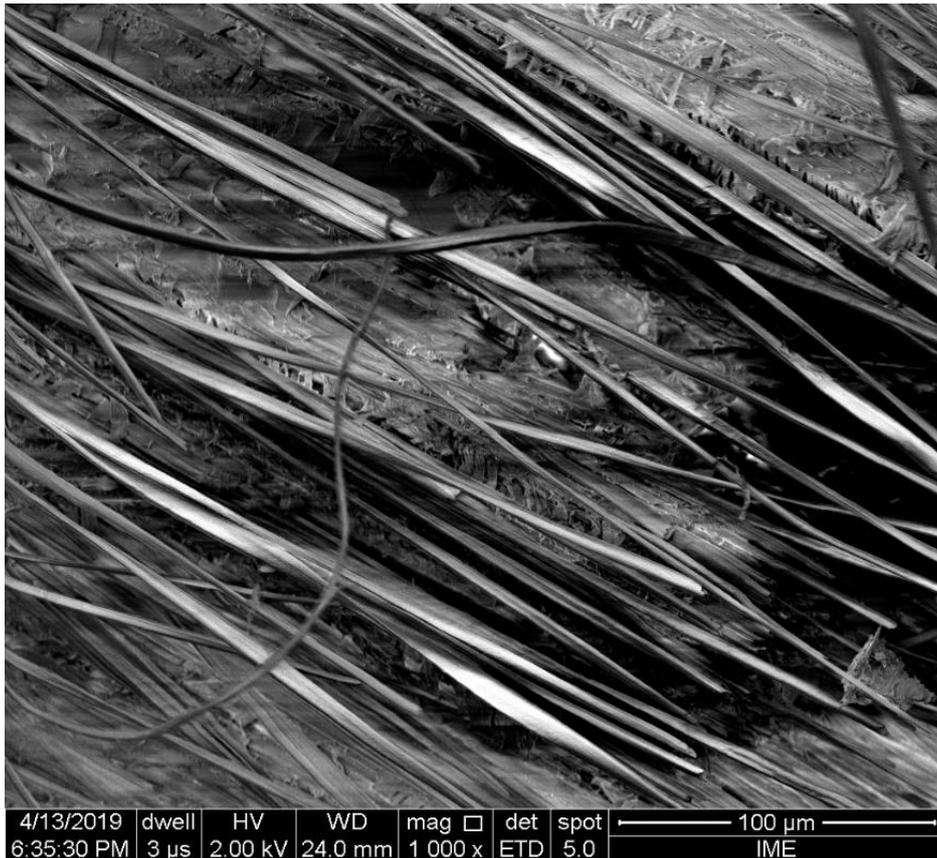


Figura 6: Microfibrilas saindo da matriz na região de ruptura das fibras.

Conforme observado nas figuras 5 e 6, as fibras não foram sacadas da matriz no chamado efeito de pullout. Esse comportamento é incomum para compósitos reforçados por FNLs que normalmente possuem interface fraca entre as fases. Ainda mais, pela dimensão das estruturas apresentadas na figura 6 pode-se concluir que o que está saindo da matriz não são fibras, e sim microfibrilas. Isso indica que as fibras estão se rompendo juntamente com a matriz e que estas não se propagam na interface devido a melhora dessa. Novamente esse comportamento não é comum para esse tipo de material e justifica os elevados resultados de resistência a tração obtidos. Na figura 5, ainda pode ser observado que as fibras apresentam um tamanho médio menor do que 0,08 mm, evidenciando que o método de seleção de fibras finas foi eficiente.

Outro aspecto que foi visível nos corpos de prova que foram cortados em “fatias” em relação à secção transversal e ortogonal às fibras foi a ausência de porosidade no material como mostrado na figura 7. A fibra natural é altamente hidrofóbica o que faz com que esta absorva umidade em sua superfície. Essa umidade, por sua vez, irá repelir a resina de caráter hidrofóbica, provocando o aparecimento de porosidade. O uso do aquecimento da fibra na estufa, juntamente com a mesa vibratória são os mais prováveis responsáveis por esse comportamento.

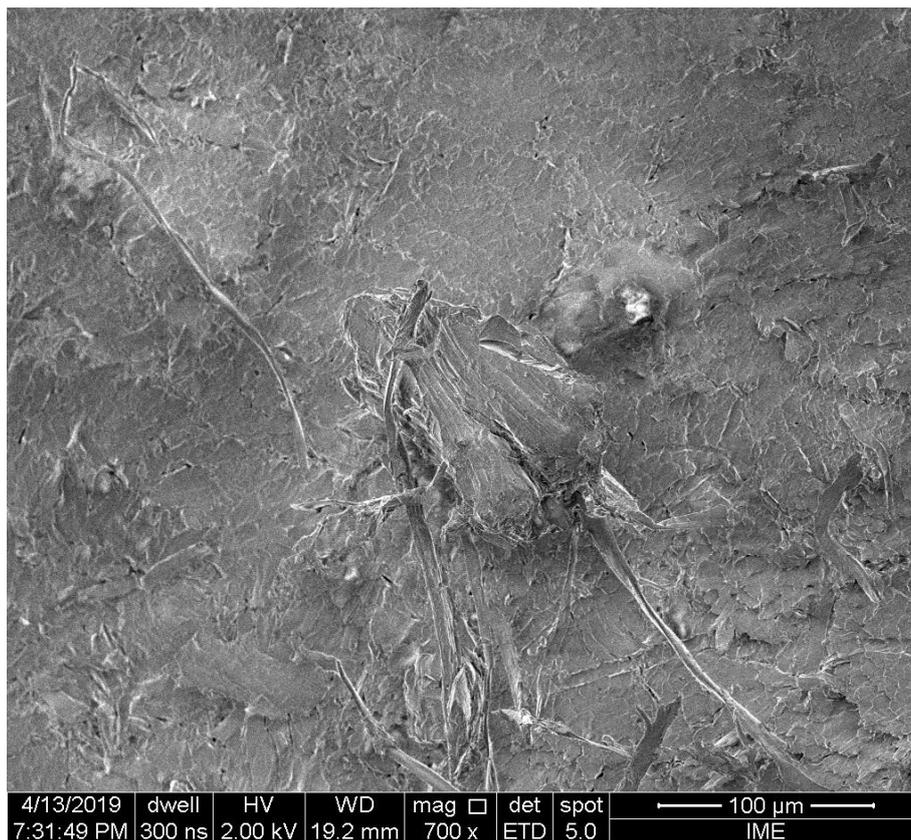


Figura 7: Corte da seção transversal do compósito em sentido ortogonal à orientação das fibras.

Por fim, a análise de Weibull forneceu, um valor de unidade característica de Weibull, ou média de Weibull de 335,15 e um módulo de Weibull de 15,95 com um r^2 de 0,9793. O elevado módulo de Weibull reforça a ideia de que a distribuição de resultados é de um intervalo bem limitado, ou seja, ocorre uma baixa dispersão dos resultados. Além disso, a média de 335,15 demonstra que a distribuição de resultados representa de fato os maiores resultados de resistência à tração obtidos até o momento em compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras naturais.

4 CONCLUSÕES

A confecção de compósitos de matriz epóxi de alto desempenho é possível com a utilização de fibras de curauá.

Com a utilização de pressão durante a cura e uma fração volumétrica de 80 % de fibras, foi possível de se obter o maior valor de resistência a tração em comparação com os publicados na literatura até o momento. A seleção das fibras de diâmetro fino foi eficiente e estes fatores, juntamente com a secagem das fibras em estufa e o uso de vibração no início da cura do polímero contribuíram na melhoria da interface e conseqüente ganho de desempenho do material.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer as agências de fomento, CAPES CNPq e FAPERJ, bem como ao LNDC COPPE/UFRJ pela realização dos ensaios.

REFERÊNCIAS

1. Bledzki AK, Gassan J. Composites reinforced with cellulose-based fibers. *Progress in Polymer Science*. Vol. 4, p. 221-274. 1999.
2. Crocker J. Natural materials innovative natural composites. *Mater. Technol.* 2-3 p. 174-178. 2008.
3. Faruk O, Bledzki AK, Fink HP, Sain M. Biocomposites reinforced with natural fibers. *Progr. Polym. Sci.* Vol. 37, p. 1555-1596. 2012.
4. Güven O, Monteiro SN, Moura EAB, Drelich J.W. Re-emerging field of lignocellulosic fiber – Polymer composites and ionizing radiation technology in their formulation. *Polym. Reviews*. Vol. 56, p.702-536. 2016.
5. John MJ, Thomas S. Biofibers and biocomposites. *Carbohydr. Polym.* Vol. 71, p. 343-364. 2008.
6. Mohanty AK, Misra M, Drzal LT. Sustainable bio-composites from renewable resources: opportunities and challenges in the green materials world. *J. Polym. Environ.* Vol. 10, p. 19-26. 2002.
7. Monteiro SN, Lopes FPD, Ferreira AS, Nascimento DCO. Natural fiber polymer matrix composites: cheaper, tougher and environmentally friendly. *JOM*. Vol. 61, p.17-22. 2009.
8. Monteiro SN, Lopes FPD, Barbosa AP, Bevitori AB, Silva IL, Costa LL. Natural Lignocellulosic Fibers as engineering materials: an overview. *Metallurgical and Materials Transactions. A*. Vol. 42, p. 2963-2974. 2011a.
9. Nascimento DCO, Lopes FPD, Monteiro SN. Tensile behavior of lignocellulosic fiber reinforced polymer composites: Part I piassava/epoxy. *Revista Matéria*. Vol. 15, n. 2, p. 189-194. 2010.
10. Netravali AN, Chabba S. Composites get greener. *Mater Today*. Vol. 6, p. 22-29. 2003.
11. Pappu A, Patil V, Jain S, Mahidrakar A, Haque R, Thakur VK. Advances in industrial prospective cellulosic macromolecules enriched banana biofibre resources: A review. *Int. J. Biol. Macromol.* Vol. 79, p. 449-458. 2015.
12. Sahed DN, Jong JP. Natural fiber polymer composites: a review. *Advances in polymer technology*. Vol. 18, p. 351-363. 1999.
13. Satyanarayana KG, Arizaga GC, Wypych F. Biodegradable composites based on lignocellulosic fiber: an overview. *Progress in Polymer Science*. Vol. 34, p. 982-1021. 2009.
14. Thakur VK, Thakur MK, Gupta RK. Review: Raw natural fibers based polymer composites. *Intl. J. Polym Anal. Charact.* Vol. 19, p. 256-271. 2014.
15. Holbery J, Houston D. Natural-fiber-reinforced polymer composites applications in automotive. *JOM*. Vol. 58(11), p. 80-86. 2006.
16. Zah R, Hischier R, Leal AL, Braun I. Curaua fibers in automobile industry – a sustainability assessment. *J. Clean. Prod.* Vol. 15(11-12), p. 1032-1040. 2007.
17. Thomas N, Paul SA, Pothan LA, Deepa B. Natural fibers: structure, properties and applications. In: Kalia S, Kaith BS, Kaur I. eds. *Cellulose fibers: Bio and Nano-polymer composites*. Berlin-Heidelberg, Germany: Springer – Verlag, 2011, p. 3-42.
18. Da Cruz RB, Lima Jr. EP, Monteiro SN, Louro LHL. Giant bamboo fiber reinforced epoxy composite in multilayered ballistic armor. *Mater. Res*. Vol. 18, p. 70-75. 2015.
19. Monteiro SN, Louro LHL, Trindade W, Elias CN, Ferreira, CL, Lima ES, Weber RP, Suarez JM, Figueiredo ABS, Pinheiro WA, Da Silva LC, Lima Jr. EP. Natural

- curaua fiber- reinforced epoxy composite in multilayered ballistic armor. Metal. Mater Trans. A. Vol. 46, p. 4567-4577. 2015.
20. EcoDebate: Projeto de cultivo do curauá (*Ananas erectifolius*) transforma realidade da agricultura familiar na Amazônia. Disponível em: <<http://www.ecodebate.com.br/2008/08/12/projeto-de-cultivo-do-curaua-ananas-erectifolius-transforma-realidade-da-agricultura-familiar-na-amazonia/>>. Acesso em 18 de março de 2018.
 21. Ramalho E. A folha amazônica que virou arte. [S.l.: s.n.], 2005 Disponível em: <http://www1.rfi.fr/actubr/articles/068/article_124.asp>. Acesso em 18 de março de 2018.
 22. Santos PA, Spinacé MAS, Femoselli KKG, De Paoli MA. Efeito da forma de processamento e do tratamento da fibra de curauá nas propriedades de compósitos com poliamida-6. Polímeros: Ciência e Tecnologia, Vol. 19, nº 1, p. 31- 39, 2009.
 23. Lopes FPD. Estudos adicionais dos compósitos poliméricos reforçados por fibras de curauá. Dissertação de Mestrado, UENF- Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, RJ. 2011.
 24. Da Luz JF, Lenz DM. Compósitos de polipropileno virgem e reprocessado com fibra de curauá obtidos por injeção. Revista de Iniciação Científica da ULBRA. Vol. 9, p. 217-223. 2011.
 25. Gomes A, Matsuo T, Goda K, Ohgi J. Development and effect of alkali treatment on tensile properties of curaua fiber green composites. Comp. Part A. Vol. 38, p. 1811–1820. 2007.
 26. Simonassi NT, Carreiro RS, Loyola RL, Margem FM, Monteiro SN. Weibull analysis of the density and elastic modulus of curaua fibers with different diameters. In: 67º Congresso Internacional da Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2012, Rio de Janeiro, RJ. Anais do 67º Congresso Internacional ABM, Vol. 1. p. 2342-2351. 2012.