

ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA EM COMPÓSITOS DE MATRIZ DE POLIETILENO REFORÇADOS COM TECIDO DE JUTA¹

Amanda Camerini Lima²

Djalma Souza³

Rubén Jesus. Sanchez Rodriguez⁴

Leandro Samary Marques⁵

Sergio Neves Monteiro⁶

Resumo

Fibras de juta são tradicionalmente utilizadas para a fabricação de diversos produtos de baixo valor agregado, tais como cordas, sacarias, tecidos, tapetes e artefatos de decoração. Os materiais compósitos aparecem como uma importante alternativa para a utilização destas fibras como reforço em matrizes poliméricas, em substituição às fibras sintéticas. A aplicação destes compósitos depende, no entanto, do conhecimento de suas propriedades. O presente trabalho avaliou, assim, o comportamento dinâmico-mecânico em compósitos com matriz de polietileno reciclado reforçados com tecido de juta usado. Foram utilizados como reforço desses compósitos de polipropileno, porcentagens em peso de tecido de juta até 30%. A partir dos ensaios dinâmico-mecânicos de DMA, pôde-se obter os módulos de armazenamento e de perda bem como a tangente δ para cada compósito com diferentes porcentagens em peso de tecido de juta. Os resultados indicam sensíveis alterações nos parâmetros dinâmicos devido à interação do tecido de juta com as cadeias moleculares do polietileno.

Palavras-chave: Tecido de juta; Compósitos de polietileno; Ensaio de DMA.

DYNAMIC-MECHANICAL ANALYSIS OF POLYETHYLENE MATRIX COMPOSITES REINFORCED WITH JUTE FABRIC

Abstract

Jute fibers are traditionally used for the manufacture of various products of low added value, such as ropes, sackcloth, fabrics, rugs and artifacts for decoration. Composite materials appear as an important alternative for the use of these fibers, by replacing synthetic fibers, as reinforcement for the polymer matrix. This study evaluated the dynamic-mechanical behavior of recycled polyethylene matrix composites reinforced with used jute fabrics. For the composite reinforcement, different percentages by weight of jute fabric up to 30% were used. From the DMA tests the storage and loss moduli as well as the delta tangent ($\tan \delta$) for each composite with different percentage by weight of jute fabric were obtained. The results indicated sensible changes in the dynamic parameters due to the jute fabric interaction with the polyethylene molecular chains.

Key words: Jute fabric; Polyethylene composites; DMA.

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

² *M. Sc., Doutoranda – Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense - UENF, Laboratório de Materiais Avançados LamaV. Av. Alberto Lamego, 2000, 28015-620, Campos dos Goytacazes, RJ – Brasil. amandacamerini@hotmail.com.*

³ *D. Sc., Pesquisador, Lamav CCT./UENF.*

⁴ *D. Sc., Professor, Lamav – CCT/UENF*

⁵ *Graduando - Lamav – CCT/UENF*

⁶ *PhD, Professor Titular. Lamav – CCT/UENF.*

1 INTRODUÇÃO

Fibras vegetais lignocelulósicas vêm sendo cada vez mais utilizadas como reforço de compósitos de matriz polimérica por apresentarem relativa abundância na natureza, serem biodegradáveis, de baixo custo e, principalmente, por propiciarem a fabricação de novos materiais quando usadas como reforço de materiais compósitos com matrizes poliméricas.⁽¹⁻⁴⁾ Além disso, esses materiais podem ser considerados “ambientalmente corretos” se a matriz dos compósitos for um polímero reciclado. Vantagens associadas principalmente com o baixo custo tornam esses materiais apropriados para determinados usos na construção civil principalmente em substituição à madeira. Porém, o uso desses materiais compósitos exige diferentes solicitações mecânicas que podem abranger condições estáticas, quase-estáticas ou dinâmicas.

A possibilidade de se reforçar o polietileno reciclado com tecido de juta, provenientes de sacos de aniagem descartados, gera uma solução ambiental para dois tipos de resíduo. Entretanto, para competir com outros materiais convencionais, como aqueles à base de madeira, estes compósitos devem ter suas principais propriedades investigadas. Como um exemplo recente, estudou-se o comportamento de compósitos de tecidos de juta reforçando matriz de polietileno por solicitação dinâmica em impacto.⁽⁵⁾ Este estudo foi feito através de ensaios com pêndulo Charpy para obtenção da tenacidade do compósito.

Entretanto, existe outra técnica mais completa para avaliar o comportamento dinâmico do material. A técnica de avaliação dinâmico-mecânica através de ensaios de DMA (análise dinâmico-mecânica) vem sendo utilizada cada vez para a determinação de propriedades de compósitos reforçados com fibras naturais.^(6,7) Este tipo de análise tem sido amplamente utilizado para caracterizar polímeros através dos processos de relaxação viscoelástica, por apresentar maior sensibilidade quando comparada com técnicas convencionais de análise térmica, como DSC e TGA.⁽⁸⁾ A técnica de DMA permite não somente avaliar o comportamento viscoelástico como também determinar a região de transição vítrea de compósitos poliméricos.⁽⁹⁾ O ensaio de DMA também fornece informações sobre o módulo elástico ou de armazenamento (E'), o módulo de dissipação viscosa ou módulo de perda (E'') e sobre o amortecimento mecânico ou atrito interno δ ($\tan \delta = E''/E'$) de um material quando sujeito a uma solicitação dinâmica.⁽⁸⁾ Esses parâmetros indicam o nível de interação dinâmica entre a matriz polimérica e a fibra que foi incorporada. Muitos estudos de DMA já foram realizados com compósitos poliméricos reforçados com fibras sintéticas.⁽¹⁰⁻¹²⁾ Porém, existem relativamente poucos trabalhos de DMA com compósitos reforçados com fibras naturais.^(6,7,13-15) Desse modo, o presente trabalho tem como objetivo um estudo da variação dos parâmetros dinâmico-mecânicos com a temperatura de compósitos com matriz de polietileno reciclado reforçados com tecido de juta usada.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais investigados neste trabalho foram: como reforço dos compósitos: o tecido de juta, provenientes de sacos de aniagem descartados e como matriz dos compósitos, polietileno reciclado. Os sacos de aniagem para retirada de tecido de juta foram obtidos em estabelecimentos comerciais, como supermercados, que os utilizam para transporte de produtos a granel, como pode ser visto na Figura 1.

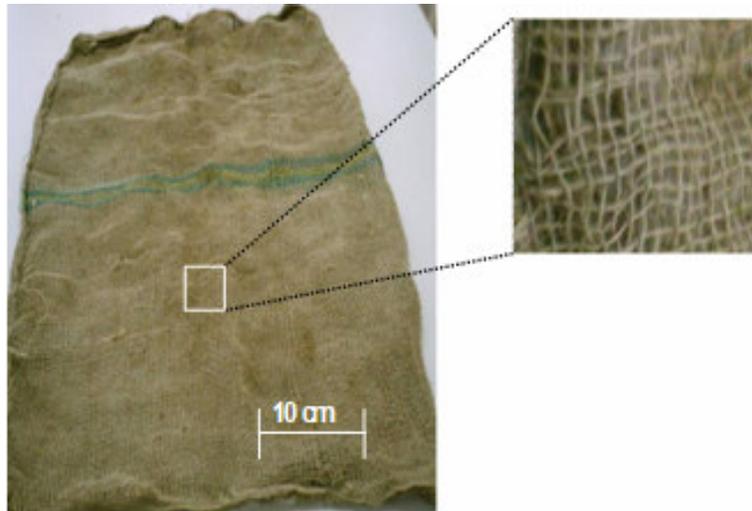


Figura 1. Exemplo de um saco de aniagem descartado que foi estudado neste trabalho.

Esta figura ilustra o aspecto dos sacos de juta que foram empregados no presente trabalho destacando, com maior aumento, detalhes dos seus respectivos tecidos. É importante notar que o tecido descartado apresenta uma trama irregular com pouca densidade de fios e espaço entre eles que podem chegar a 5 mm. Este espaço aberto na malha da trama pelo afastamento de seus fios, caracteriza o esgarçamento do tecido. O outro material investigado neste trabalho foi o polietileno reciclado, que constituiu a matriz dos compósitos. Este polietileno foi obtido na forma de pequenos pedaços reciclados. Verificou-se, preliminarmente, que estes pedaços já estavam limpos, secos e com sinais de pouca contaminação com outros tipos de plásticos. A Figura 2 apresenta o aspecto de uma partícula desse material utilizado como matriz dos compósitos estudados neste trabalho, através de observações por microscopia eletrônica de varredura, MEV.

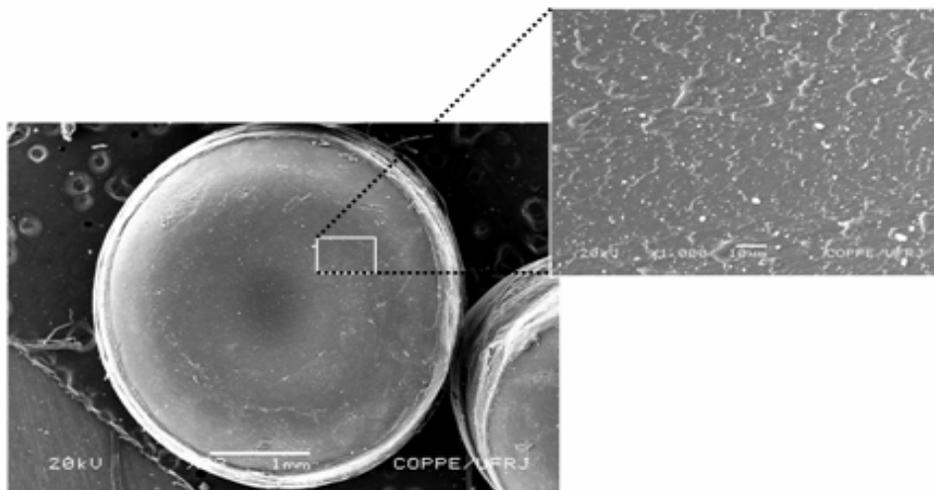


Figura 2. Micrografia por MEV de uma partícula de polietileno reciclado utilizado como matriz dos compósitos reforçados com tecido de juta descartados. (aumento de 1.000x).

O equipamento utilizado para a realização dos ensaios de DMA foi o da TA Instruments, como mostrado na Figura 3. Os ensaios foram conduzidos sob fluxo de

nitrogênio a uma frequência de 1 Hz , no intervalo de temperatura de -60°C a 80°C a uma taxa de aquecimento de 3°C/min.



Figura 3. Equipamento da TA Instruments utilizado nos ensaios de DMA.

Corpos de prova retangulares medindo 50 x 13 x 5 mm foram processados por compressão a uma temperatura de 160°C e a uma pressão de 1,7 MPa por cerca de 1h e 15 min. As medidas dos compósitos seguiram normas estabelecidas para ensaios de DMA pelo método de flexão.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 4 ilustra conjuntos de curvas dos parâmetros dinâmico-mecânicos obtidos em função da temperatura para compósitos com 0%, 10%, 20% e 30% em peso de tecido de juta. Nesta figura, observam-se picos referentes à variação desses parâmetros com a temperatura. Estes picos estão relacionados à transição da estrutura cristalina para a amorfa na matriz de polietileno dos compósitos. Em particular, o pico na curva da $\tan \delta$ corresponde ao limite superior desta transição, normalmente identificado como a temperatura de transição vítrea, T_g , da matriz. Maiores detalhes sobre os picos e as características de transição serão vistos a seguir nos conjuntos separados de todas as curvas para E' , E'' e $\tan \delta$ correspondentes aos compósitos com diferentes frações de tecido de juta e também do polietileno puro, isto é, 0% de fibra.

A Figura 5 apresenta o conjunto de curvas da variação do módulo de armazenamento, E' , com a temperatura para os compósitos incorporados com diferentes frações de tecido usado de juta, juntamente com a curva do polietileno reciclado puro. É importante lembrar que o valor de E' está diretamente relacionado com a rigidez viscoelástica do material.⁽⁷⁾ Neste trabalho, isto corresponde à capacidade do compósito suportar cargas dinâmicas com deformação recuperável.

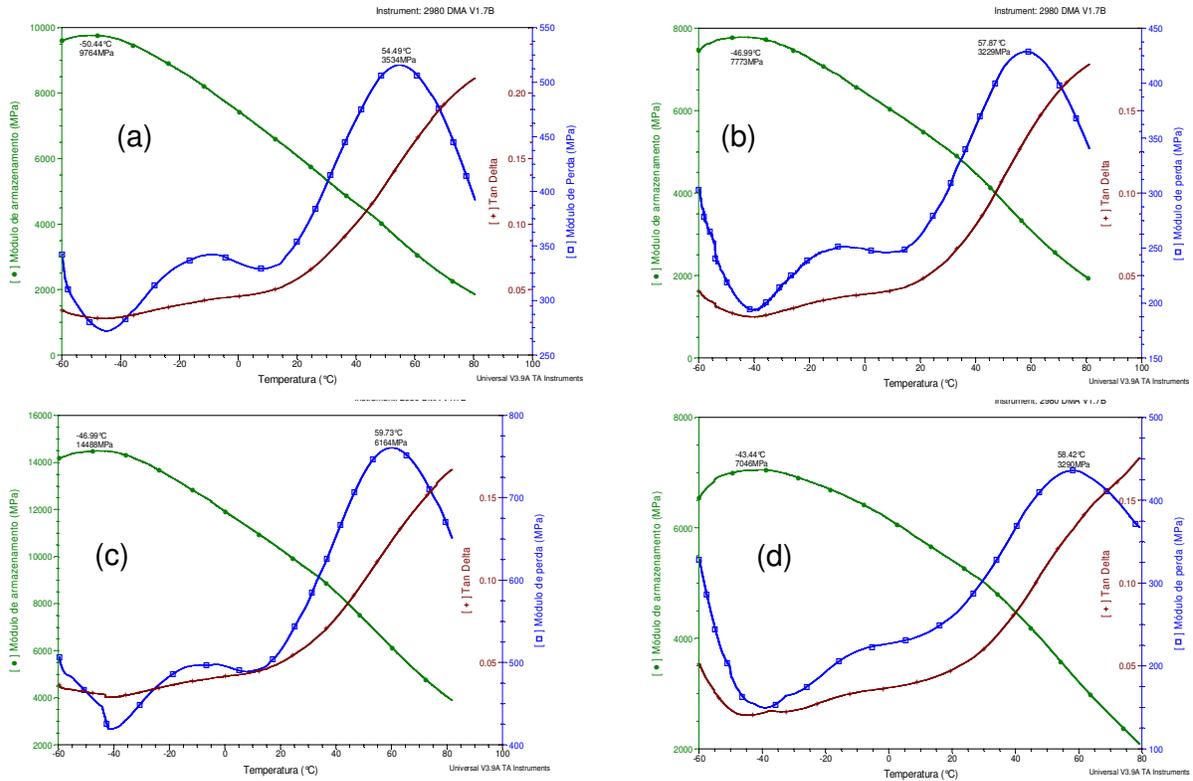


Figura 4. Curvas de DMA mostrando a variação dos parâmetros dinâmico-mecânicos com a temperatura para compósitos com (a) 0%, (b) 10%, (c) 20% e (d) 30% em peso de tecido de juta.

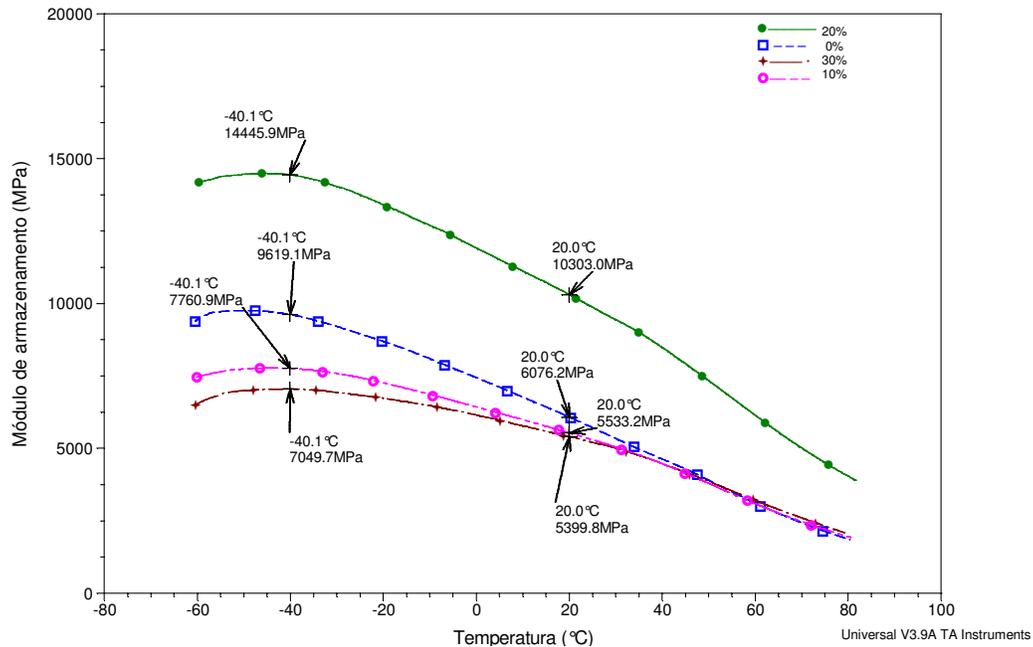


Figura 5. Curvas de DMA da variação do módulo de armazenamento, E' , com a temperatura para compósitos de polietileno reciclado incorporado com diferentes frações de tecido usado de juta bem como para o polietileno reciclado sem incorporação, 0%.

As curvas da Figura 5 mostram que em todo o intervalo de temperatura, -60 a 80°C, o compósito com 20% em volume de tecido usado de juta apresenta o maior valor de E' . Uma diferença marcante existe deste valor comparativamente aos das outras curvas. Por exemplo, na temperatura de 20°C (Figura 5), o compósito com 20% de tecido de juta possui $E' = 10,30$ GPa, comparativamente bem superior ao do polietileno reciclado puro, com $E' = 6,08$ GPa. Na verdade, os outros dois compósitos, 10% e 30%, apresentam ao longo de todas as suas curvas, módulos de armazenamento bem próximos e, ambos, pouco inferiores aos do polietileno reciclado. Embora pareçam surpreendentes, estes resultados encontram um paralelo em outros obtidos com os mesmos compósitos ensaiados em flexão quase-estática.⁽¹⁶⁾ Devido a danos nos tecidos de juta associados à baixa resistência interfacial fibra/matriz, ocorre uma tendência de reforço da matriz de polietileno reciclado por volta de 20% de tecido usado de juta.

A Figura 6 apresenta o conjunto de curvas da variação do módulo de perda, E'' , com a temperatura para os compósitos incorporados com diferentes frações de tecido usado de juta juntamente com a curva do polietileno reciclado puro. Todas curvas desta figura passam por um máximo entre 54°C e 59°C. Esse máximo na curva de E'' é atribuído ao chamado pico α de relaxação. Segundo Mohanty, Verma e Nayak,⁽⁷⁾ a relaxação estrutural que acarreta o pico α pode ser atribuída à mobilidade das cadeias na fase cristalina do polímero da matriz devido à reorientação de defeitos.

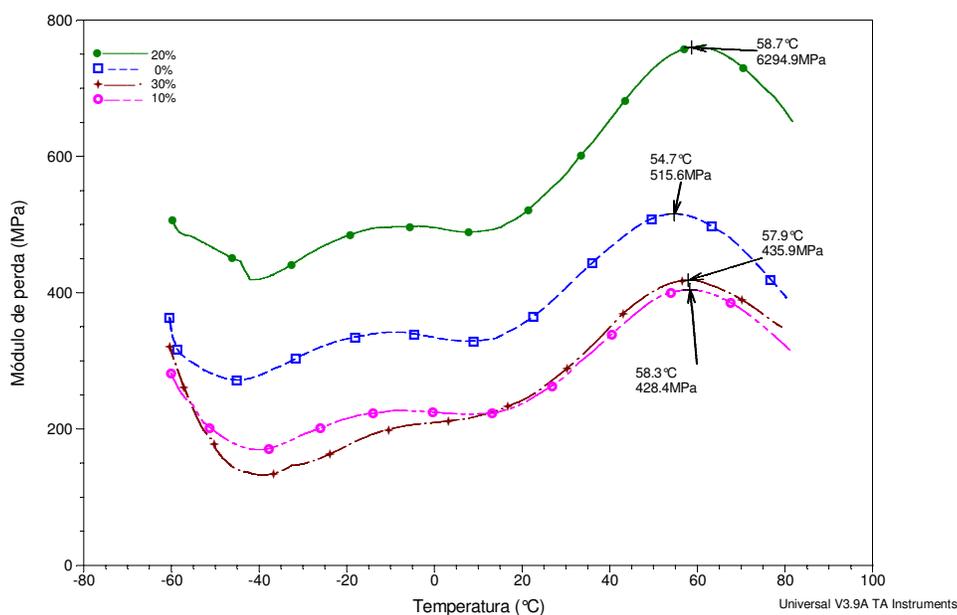


Figura 6. Curvas de DMA da variação do módulo de perda, E'' , com a temperatura para compósitos de polietileno reciclado incorporado com diferentes frações de tecido usado de juta bem como para o polietileno reciclado sem incorporação.

As curvas da Figura 6 são semelhantes às da Figura 5 pelo fato dos valores do módulo de perda em todo o intervalo de temperaturas investigado apresentarem nítida predominância do compósito com 20% de tecido de juta, seguido do polietileno e depois dos compósitos de 10% e 30%, com valores praticamente iguais. Estes resultados reafirmam o fato de que somente acontece um efetivo reforço da matriz de polietileno reciclado para a incorporação de 20% de tecido de juta usado.

Quantidades menores, 10%, ou maiores, 30%, reduzem tanto a rigidez viscoelástica (E') quanto a viscosa (E'') dos compósitos comparativamente ao polietileno reciclado puro. Ainda em relação à Figura 6, vale também comentar que existe um ligeiro deslocamento dos picos dos compósitos, de cerca de 3°C , para temperaturas mais altas em relação ao do polietileno reciclado puro. Isto sugere uma pequena redução da mobilidade das cadeias de polietileno da matriz devido à interação das fibras de juta no tecido com as macromoléculas do polietileno.⁽¹⁷⁾

A Figura 7 apresenta o conjunto de curvas da variação da tangente δ com a temperatura para os compósitos incorporados com diferentes frações de tecido usado de juta, juntamente com a curva do polietileno reciclado puro. É importante observar que, no intervalo de temperatura investigado, até 80°C , não foi possível atingir o ponto máximo nas curvas de $\tan \delta$. Este máximo deve estar em torno de 90°C e permitiria caracterizar o limite superior da transição do estado cristalino para o amorfo que identifica a temperatura de transição vítrea, T_g . Ainda assim é possível verificar que, de -40°C até 80°C , o polietileno reciclado apresenta significativamente maior valor de $\tan \delta$ que todos os compósitos. Inclusive o compósito com 20% de tecido de juta, isto é, o material que na Figura 7 possui o menor valor de $\tan \delta$ acima de 30°C .

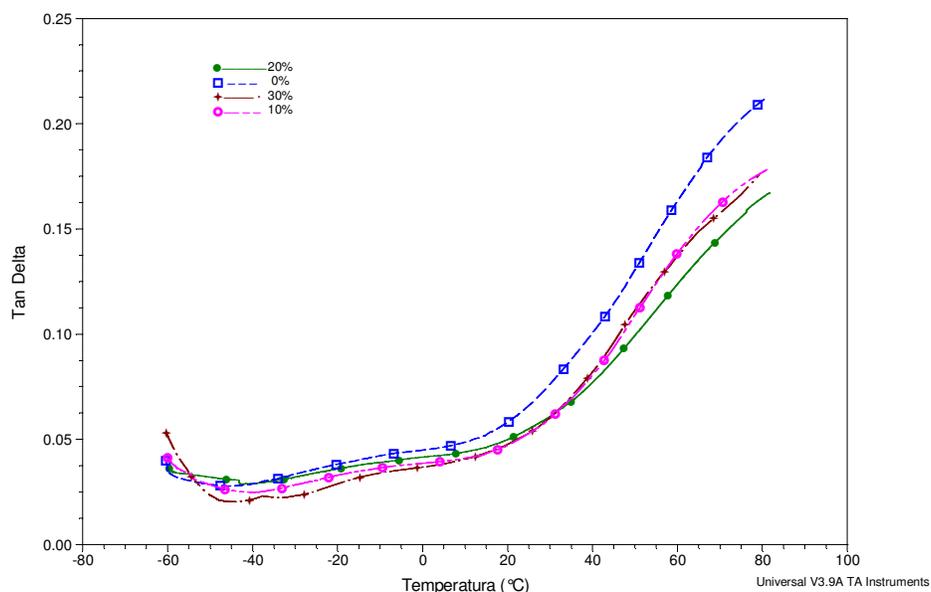


Figura 7. Curvas de DMA da variação da tangente δ com a temperatura para compósitos de polietileno reciclado incorporado com diferentes frações de tecido de juta bem como para o polietileno reciclado sem incorporação.

Uma vez que a $\tan \delta$ está relacionada com o amortecimento ou atrito interno da estrutura polimérica,⁽⁸⁾ é natural que o polietileno puro apresente o maior amortecimento estrutural. Entretanto, com a introdução dos tecidos usados, a interação das fibras de juta com as cadeias moleculares da matriz reduz a capacidade de amortecimento do compósito. A explicação para este fato foi apresentada em outras publicações.^(9,18) O decréscimo no amortecimento, isto é, na amplitude da $\tan \delta$, seria conseqüência das fibras de juta no tecido suportarem parcialmente a tensão aplicada sobre a matriz do compósito. Isto permitiria que parte dessa tensão deformasse também a interface fibra/matriz. A dissipação da energia que caracteriza o amortecimento seria reduzida pela parte dissipada na interface.⁽¹⁸⁾

4 CONCLUSÕES

Ensaio de DMA em compósitos de polietileno reciclado incorporado com tecido usado de juta revelaram importantes fatos relativos ao comportamento dinâmico-mecânico destes compósitos no intervalo de temperatura de -60°C a 80°C.

Somente o compósito com 20% em peso de tecido usado de juta apresentou evidências de reforço dinâmico associadas a níveis de rigidez marcadamente superiores nos módulos de armazenamento e perda. Os outros compósitos apresentaram desempenho dinâmico inferior ao do próprio polietileno reciclado.

Embora os ensaios não cobrissem as temperaturas correspondentes ao pico da $\tan \delta$, os resultados obtidos até 80°C indicam claramente que a introdução do tecido de juta na matriz de poliéster reduz sensivelmente o nível de atrito interno, isto é de amortecimento estrutural dos compósitos. Isto pode ser atribuído à interação da fibra de juta, nos tecidos, com as cadeias moleculares do polietileno bem como a contribuição parcial da interface fibra/matriz na dissipação da energia associada ao amortecimento da estrutura polimérica da matriz.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CNPq, CAPES e FENORTE/TECNORTE pelo apoio financeiro e as bolsas de pesquisa concedidas.

REFERÊNCIAS

- 1 BLEDZKI, A.K.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose-based fibres. *Prog. Polym. Sci.*, v. 24, p. 221-274, 1999.
- 2 NABI SAHEB, D.; JOG, J.P. Natural fiber polymer composites: A review. *Advances in Polymer Technology*, v. 18, p. 351-363, 1999.
- 3 MOHANTY, A.K.; MISRA, M.; DRZAL, L.T. Sustainable biocomposites from renewable resources: Opportunities and challenges in the green materials world. *J. Polym. Environ.* v. 10, p. 19-26, 2002.
- 4 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.
- 5 LIMA, A.C., TERRONES, L.A.H; MONTEIRO, S.N. Tenacidade ao impacto de compósitos de tecido de juta reforçando matriz de polietileno reciclado. *Revista Matéria*, v. 13, n. 1, p. 180-185, 2008.
- 6 RAY, D.; SARKAR, B.K.; DAS, S.; RANA, A.K. Dynamic mechanical and thermo analysis of vinylester-resin-matrix composites reinforced with untreated and alkali-treated jute fibres. *Composites Science and Technology*. v. 62, n. 7-8, p. 911-917, 2002.
- 7 MOHANTY, A.K.; VERMA, S.K.; NAYAK, S.K. Dynamic mechanical and thermal properties of MAPE treated jute/HDPE composites. *Composites Science and Technology*. v. 66, n. 3-4, p. 538-547, 2006.
- 8 CANEVAROLO JR, S.V. *Técnicas de Caracterização de Polímeros*. São Paulo: Editora Artliber, 2003.
- 9 MONTEIRO, S.N.; RODRIGUEZ, R.J.S.; LOPES, F.P.D.; SOARES, B.G. Efeito da incorporação de fibras de coco no comportamento dinâmico mecânico de compósitos com matriz poliéster. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*. v. 5, n.2, p. 111-115, 2008.
- 10 KUBAT, J.; RIODHAL, M.; WELANDER, M. Characterization of interfacial interactions in high density polyethylene filled with glass spheres using dynamic mechanical analysis. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 39, n. 7, p. 1527-1539, 1990.

- 11 BIKIARIS, D.; MATZINOS, P.; PRINOS, J.; FLARIS, V.; LARENA, A., PANAYIOTOU, C. Use of sinales and copolymers as adhesion promoters in glass fibre/polyethylene composites. *Journal of Applied Polymer Science*. v. 80, n. 14, p. 2877-2878, 2001.
- 12 VAJRASTHIRA, C.; AMORNASAKCHAI, T.; LIMCHAROEM, B. Fibre-matrix interaction in aramid short fibre reinforced thermoplastic composites. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 87, n. 7, p. 1059-1067, 2003.
- 13 JOSEPH, S.; SREEKALA, M.S.; THOMAS, S. Viscoelastic properties of oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites. *International Journal of Plastic Technology*. v. 5, n. 1, p. 28-35, 2002.
- 14 AURICH, T.; MENNIG, G. Characterization of injection molded flax reinforced polypropylene. *International Journal of Plastic Technology*. v. 5, n. 1, p. 9-14, 2002.
- 15 MOHANTY, A.K.; VERMA, S.K.; NAYAK, S.K.; TRIPATHI, S.S., Influence of fibre treatment on the performance of sisal-polypropylene composites. *International Journal of Plastic Technology*. v. 94, n. 3, p. 1336-1345, 1999.
- 16 LIMA A.C.; MONTEIRO S.N.; TERRONES, L.A.H.; Influence of weave damage on the strength of composites reinforced with jute fabric. In: CHARACTERIZATION OF MINERALS METALS & MATERIALS – TMS CONFERENCE, Mar. 2008, New Orleans, EUA, p. 1-6.
- 17 MACHADO, M.A.L., BIAGIOTTI, J.; KENNY, J.M. Comparative study of the effects of different fibres on the processing and properties of ternary composites based on PP-EPDM blends. *Poly. Compos*. v. 23, p. 779-789, 2002.
- 18 FELIX, J.M.; GATENHOLM, P. The nature of adhesion in composites of modified cellulose fibre and polypropylene. *J. Appl. Polym. Sci*. v. 42, p. 601-620, 1991.