

AVALIAÇÃO CRÍTICA DOS ENSAIOS DE PULLOUT EM FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS¹

Sergio Neves Monteiro²
José Roberto Moraes d'Almeida³

Resumo

Ensaio de escorregamento de fibras, conhecidos como pullout, são realizados para determinar o comprimento crítico da fibra, ℓ_c , e a tensão cisalhante interfacial, τ , associada à transferência de esforços entre a fibra e a matriz de um material compósito. Neste trabalho foram avaliados os métodos de realização e interpretação de ensaios de pullout em fibras lignocelulósicas. Resultados de pullout em fibras naturais de piaçava, coco, e curauá foram comparados com outros publicados sobre fibras sintéticas em termos de procedimentos para obtenção de ℓ_c e τ . Tendo em vista diferenças marcantes entre o comportamento das fibras naturais relativamente às fibras sintéticas, é proposta uma metodologia própria para avaliação dos resultados de ensaios de pullout em fibras lignocelulósicas.

Palavras chave: Ensaio de pullout; Fibras lignocelulósicas; Comprimento crítico; Resistência interfacial.

A CRITICAL EVALUATION OF PULLOUT TESTING IN LIGNOCELLULOSIC FIBERS

Abstract

Pullout testes are used to determine the fiber's critical length, ℓ_c , and the interface shear strength, τ , associated with the stress transfer from the matrix to the fiber in a composite material. In this work, the methods of performing and interpreting pullout tests in lignocellulosic fibers were evaluated. Results from pullout tests in piassava, coir and curauá natural fibers were compared to others published on synthetic fibers in terms of procedures to obtain ℓ_c and τ . Based on the marked differences that exist between the behavior of natural fibers with respect to that of synthetic fibers, a proper methodology is proposed to evaluate the results from pullout testing in lignocellulosic fibers.

Key words: Pullout testing; Lignocellulosic fibers; Critical length; Interface strength.

¹ Contribuição técnica apresentada no 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro – RJ

² PhD, 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. sergio.neves@iq.com.br

³ DSc, Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, PUC-Rio, Rua Marques de São Vicente, 225, 22453-900, Rio de Janeiro, RJ – Brasil. dalmeida@dcmm.puc-rio.br

INTRODUÇÃO

Dentre os diferentes tipos de materiais compósitos, aqueles considerados tecnologicamente mais importantes são os que apresentam a fase dispersa, reforçadora da matriz contínua, na forma de fibras (1-4). As vantagens dos compósitos reforçados com fibra incluem resistência mecânica e módulo de elasticidade excepcionalmente elevados, quando comparados com outros materiais de mesma densidade. Exemplos marcantes referem-se aos compósitos reforçados com fibras de carbono ou de aramida (4,5).

A influência do comprimento da fibra e a eficiência de sua ligação com a matriz são de primordial relevância para garantir os mais elevados valores de resistência e rigidez para o compósito. Fibras muito curtas resultam em uma transmissão pouco eficiente da carga externa aplicada sobre a matriz contínua. Há necessidade de um comprimento crítico mínimo da fibra para que exista uma efetiva transmissão de esforços. Desta forma pode-se assegurar as maiores resistência e rigidez possíveis na direção em que se alinha a fibra.

Tendo em vista estes conceitos, Kelly e Tyson (6) propuseram um comprimento crítico, ℓ_c , que deveria ser excedido para que a fibra fosse rompida, sem escorregar da matriz. Ou seja, abaixo desse comprimento ℓ_c , não haveria uma efetiva transmissão de carga da matriz para a fibra. Esta então não se romperia e a falha do compósito seria dominada pela resistência da matriz ou da interface, a que tiver o menor valor. Normalmente, ocorre falha da interface com o desacoplamento (“debonding”) da fibra. O valor do comprimento crítico é dado pela equação:

$$\ell_c = \frac{d\sigma_f}{2\tau} \quad [1]$$

onde d é o diâmetro da fibra. No caso de matriz metálica a tensão cisalhante seria a correspondente à resistência, τ_m , da própria matriz. Já no caso de matriz polimérica, corresponderia à resistência τ_i , do cisalhamento da interface fibra matriz.

A Equação [1] foi, na verdade, a primeira proposta para o comprimento crítico. Em outra dedução (4), o valor de ℓ_c foi reduzido pela metade pelo fato de d na Eq. [1] ter sido substituído pelo raio r da fibra

$$\ell_c = \frac{r\sigma_f}{2\tau} \quad [2]$$

Esta equação foi aplicada em recentes artigos (7-10) e será utilizada no presente trabalho.

Na prática, o valor de ℓ_c serve como um parâmetro indicativo da situação da fibra. Assim, fibras contínuas, ou seja, longas, normalmente possuem comprimento superior a 15 vezes ℓ_c ($l > \ell_c$) (11). Mais ainda, o comprimento crítico de um certo tipo de fibra utilizada como reforço para uma determinada matriz permite, através da Eq. [2], calcular a tensão cisalhante interfacial fibra/matiz. O valor desta tensão interfacial está associado à eficiência da ligação atômica, molecular ou polar, que existe entre a matriz e a superfície da fibra. Uma vez que esta ligação caracteriza o grau de acoplamento das fases no compósito, a determinação de τ é fundamental para se projetar um compósito reforçado com uma dada fibra (4,12). Um exemplo da importância de se considerar a tensão cisalhante interfacial é o caso das fibras lignocelulósicas reforçando compósitos com matriz polimérica, objeto do presente trabalho. As fibras lignocelulósicas, isto é, aquelas naturais procedentes de vegetais como o sisal, juta, cânhamo, linho algodão, etc., são hidrofílicas. Enquanto que os

polímeros normalmente utilizados como matriz de compósitos são hidrofóbicos. Em conseqüência, tem-se uma fraca interface fibra lignocelulósica/matriz polimérica (13,14), o que deve ser levado em consideração no projeto de um compósito.

A obtenção da tensão cisalhante pode ser feita através de cálculos teóricos (12) ou por medidas experimentais do comprimento crítico, para então ter-se o valor de τ na Eq. [2]. Kelly e Tyson (6) propuseram um ensaio relativamente simples, denominado pullout, para a determinação do comprimento crítico. Neste ensaio, como mostrado esquematicamente na Figura 1, a fibra é embutida até um comprimento L em uma cápsula do material que simularia a matriz do compósito. O conjunto seria submetido à tração, Figura 1(a), com as garras da máquina prendendo tanto a ponta livre da fibra quanto a outra extremidade da cápsula. Para valores relativamente baixos de L , a fibra simplesmente escorrega de dentro da cápsula. Estes valores estariam abaixo de ℓ_c . A partir de $L = \ell_c$, a fibra se romperia sem escorregar. Um gráfico como o da Figura 1(b) permitiria obter experimentalmente ℓ_c e, com este valor, τ na Eq. [2].

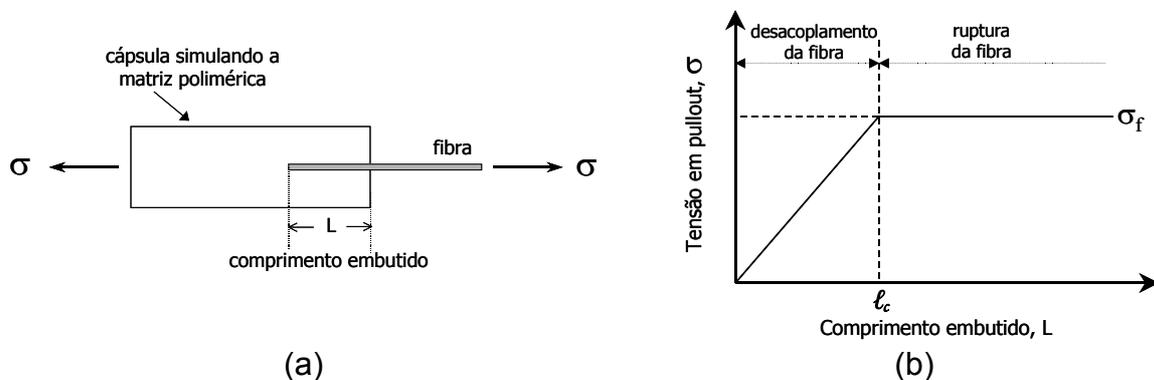


Figura 1. Esquema do ensaio de pullout proposto por Kelly e Tyson (6).

A realidade é, entretanto, que nem sempre é possível obter-se gráficos simples como o da Figura 1(b). Esta dificuldade é típica de fibras lignocelulósicas embutidas em polímeros devido à grande dispersão estatísticas dos resultados. Neste trabalho é feita uma avaliação crítica do ensaio de pullout e proposta uma metodologia para determinar ℓ_c e τ_i de fibras lignocelulósicas reforçando matriz polimérica.

ENSAIO DE PULLOUT: INTERPRETAÇÃO

A interpretação de um ensaio de pullout corresponde à maneira como se obtém o valor do comprimento crítico, ou outros possíveis parâmetros, a partir do gráfico experimental da variação da tensão com o comprimento embutido. Em princípio, como indica a Figura 1(b), o valor de ℓ_c seria obtido simplesmente na interseção de duas retas; uma inclinada, correspondente ao trecho em que a fibra se desacopla (debonding) da cápsula e outra horizontal, correspondente ao trecho em que a fibra se rompe sem desacoplar do material que simula a matriz. O valor constante do trecho horizontal corresponderia à resistência à tração, σ_f , da fibra. Experimentalmente, entretanto, o gráfico σ vs. L é constituído de pontos que não necessariamente se ajustam a duas simples retas como na Figura 1(b).

Kelly (12) sugere que o primeiro trecho inclinado, associado a comprimentos embutidos pelo menos até metade de ℓ_c , deveria ser interpretado por uma reta do tipo

$$\sigma = \sigma_0 + k.L / d \quad [3]$$

onde σ_0 e k são constantes; d , como visto, é o diâmetro da fibra. O valor de k seria uma constante característica de uma certa fibra reforçando uma dada matriz. Entretanto, na interpretação da Eq. [3] é difícil entender como, para um valor de $L = 0$, seja possível ter-se uma tensão σ_0 com valor não nulo.

Outra interpretação proposta por Yue et alli (15) considera uma curva de pullout da variação da força para o deslizamento ou desacoplamento da fibra em relação à resina, F_d , vs. o comprimento embutido, L , como está esquematicamente indicado na Figura 2.

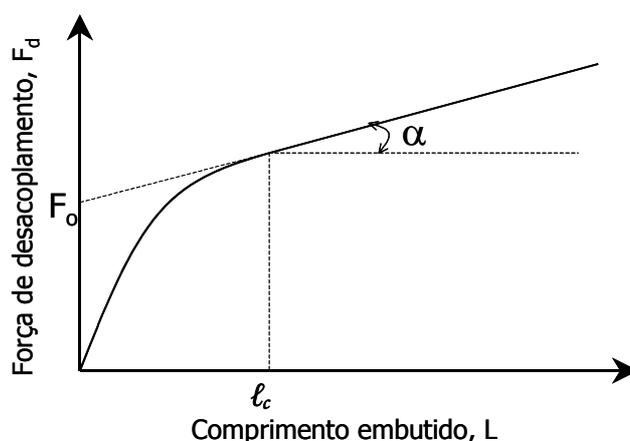


Figura 2. Interpretação do trecho inicial da curva de pullout sugerida por Yue et alli (15)

No gráfico da Figura 2, Yue et alli (15) propõem um trecho não linear, partindo a origem ($F_d = 0$; $L = 0$), até o valor de ℓ_c . A partir de então, tem-se o trecho linear ascendente que persiste enquanto o ensaio estiver associado ao desacoplamento da fibra em relação à cápsula. Teoricamente (16), a tensão cisalhante interfacial, τ_i , poderia ser calculada a partir dos parâmetros medidos na curva da Figura 2 através da equação:

$$\tau_i(2\pi r N^{-1}) = F_0 + \alpha \ell_c \quad [4]$$

onde r é o raio da fibra e N um parâmetro que depende das propriedades físicas da fibra e da matriz, bem como da geometria do corpo de prova.

Utilizando sua base teórica, Yue et alli (15) analisaram resultados de ensaios de pullout em fibra de vidro embutida em cápsula de nylon. A Figura 3 foi extraída do artigo mencionado onde o gráfico contínuo foi obtido por regressão dos resultados utilizando um programa de computador que prevê um primeiro trecho curvilíneo, passando pela origem, ajustado ao segundo trecho linear.

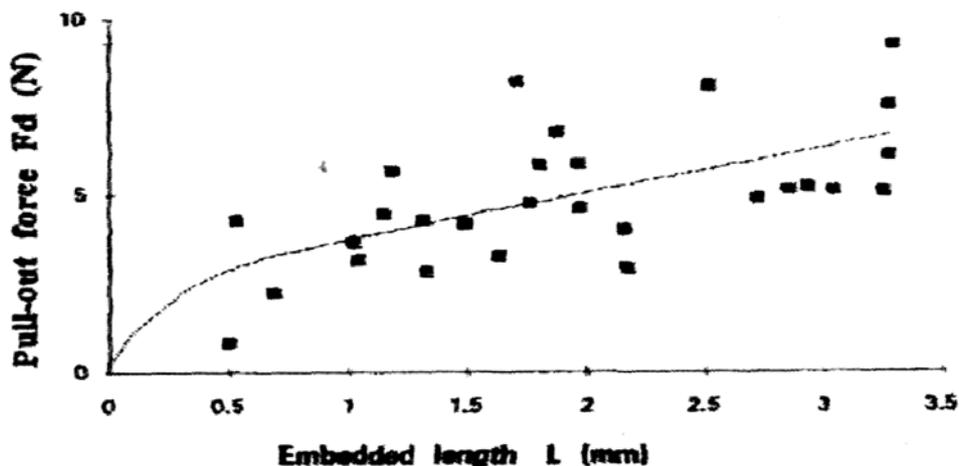


Figura 3. Gráfico de F_d vs. L extraído da figura 5 do artigo de Yue et alli (15).

Vale a pena tecer alguns comentários relativamente ao gráfico da Figura 3. Em primeiro lugar, observa-se uma grande dispersão de pontos individuais, indicando que, aparentemente, só houve uma medida de pullout para cada comprimento obtido. Exceção feita para as três últimas medidas. Ou seja, não teria sido feita uma análise estatística com valores médios e desvio padrão de F_d para cada valor considerado de L . Talvez os autores não tenham considerado relevante esta análise por se tratar de uma fibra sintética com razoável uniformidade. Esta foi, possivelmente também, a razão para não se preocuparem em calcular a tensão, já que cada fibra, individualmente, teria o mesmo valor, A_0 , para a área da seção reta. Logo, a posição relativa dos pontos no gráfico da Figura 3 não se altera considerando-se F_d ou $\sigma = F_d / A_0$.

Em segundo lugar, os valores máximos alcançados por F_d na Figura 3 estão muito abaixo da resistência à tração da fibra de vidro. Isto significa que, experimentalmente, a curva de pullout está em sua parte inicial de desacoplamento da fibra e ainda distante do trecho horizontal onde ocorre a ruptura da fibra. Assim, o valor obtido para l_c corresponderia ao limite de comprimento embutido para o qual a fibra é sacada de uma só vez (livre-desacoplamento da cápsula) sem sucessivas nucleação e propagação de trincas ao longo de seu deslizamento pela matriz. O valor de $l_c = 1,1$ mm obtido na Figura 3 é comparável ao valor de $l_c = 0,89$ mm obtido através de cálculo da tensão interfacial por Fu et alli (17) em fibras de vidro testadas em pullout com cápsulas de polipropileno.

Em terceiro lugar, é importante notar na Figura 3 que a flutuação nos valores de F_d dá margem a várias interpretações para a correspondente curva de pullout. Por exemplo, poderia ser traçada uma única reta ou então um primeiro trecho linear passando pela origem, seguido de outro trecho, logo após o valor de l_c . nessa situação o resultado seria bem diferente daquele previsto pelo ajuste contínuo do computador. Isto certamente traz uma dúvida quanto ao procedimento informatizado de Yue et alli (15) para a obtenção do comprimento crítico. A seguir, será discutida esta incerteza para o caso de fibras lignocelulósicas.

PULLOUT DE FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS

Do conhecimento dos autores do presente trabalho, a primeira curva experimental de pullout para uma fibra lignocelulósica foi determinada para o sistema piaçava embutida em poliéster (7). O comprimento crítico e a tensão cisalhante interfacial foram então obtidos para o simples procedimento de dois trechos lineares proposto por Kelly e Tyson (6). Em recente publicação (18), apresentaram-se os mesmos resultados de piaçava/poliéster com as correspondentes barras de desvio padrão, como mostra a Figura 4.

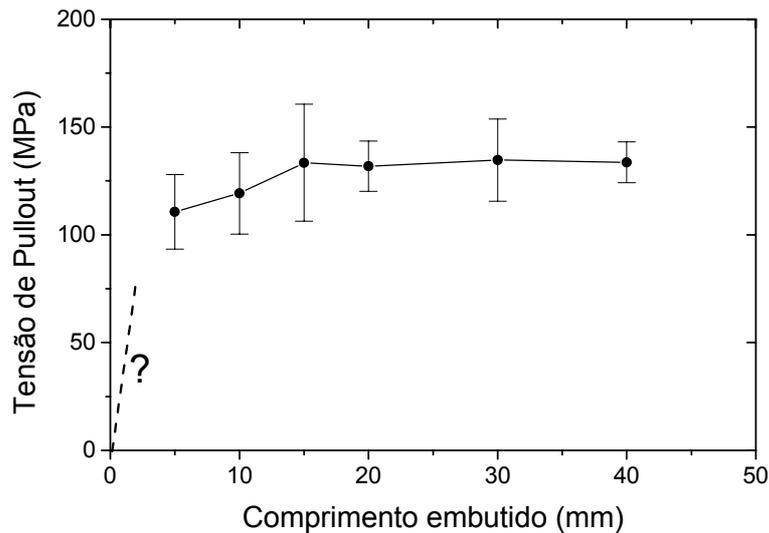


Figura 4. Curva de pullout de piaçava/poliéster com respectivos desvios padrão em cada ponto. (18)

Verifica-se na Figura 4 não ser possível traçar um primeiro trecho linear pela origem e passando dentro das faixas de incerteza estatística dos outros pontos antes de se atingir o patamar horizontal. Assim, uma análise dos resultados da Figura 4 levanta a dúvida sobre a existência de outro trecho inicial passando pela origem. Este trecho interceptaria o suposto primeiro trecho constituído dos três primeiros pontos experimentais da Figura 4, caracterizando um valor de ℓ_c menor que 15 mm proposto anteriormente (7).

Um possível trecho inicial marcado com um ponto de interrogação na Figura 4 poderia ser curvo como na proposta de Yue et alli (15) ou então reto, como estará sendo proposto no presente trabalho. Dadas as características relativamente rígidas das fibras de piaçava, não foi, experimentalmente, possível realizar ensaios para L menor que 5 mm. Por esta razão, optou-se pelo procedimento de Kelly e Tyson (6) para se obter o comprimento crítico da piaçava (7), embora o primeiro trecho não passasse pela origem.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Outras fibras lignocelulósicas foram utilizadas para esclarecer a dúvida a respeito do melhor procedimento experimental a ser empregado na obtenção de e e τ_i . Essas outras fibras, curauá e coco, diferem da fibra de piaçava pelo fato de serem mais macias e permitirem embutimento em matriz polimérica com $L < 5$ mm.

A Figura 5 apresenta as curvas de pullout para fibras de curauá (a) e coco (b) embutidas em cápsulas de poliéster. Na curva de curauá, Figura 5(a), observa-se

que os últimos quatro pontos, correspondentes aos valores de $L = 35, 40, 45$ e 50 mm, apresentam-se em um patamar aproximadamente horizontal com valor médio de $453,45$ MPa. Este valor encontra-se dentro do intervalo para resistência à tração obtido em fibras isoladas de curauá (9). Na Fig 5(a), entre os valores $10 \leq L \leq 35$ mm, pode-se ajustar uma reta cuja equação corresponde a

$$\sigma = 4,37 L + 283,76 \quad [5]$$

Para os três primeiros pontos, $L = 3, 5$ e 10 mm, juntamente com a origem, ajustou-se uma reta com equação

$$\sigma = 32,19 L \quad [6]$$

A interseção das Eq. [5] e [6] ocorre para o valor de $\ell_c = 10,20$ mm, que seria o comprimento crítico limite para livre desacoplamento proposto neste trabalho. Pode-se também imaginar um valor $L_c = 38,83$ mm do comprimento a partir do qual não ocorre mais desacoplamento da fibra em relação à matriz. Este valor corresponderia à interseção do segundo trecho linear, Eq. [5] com o último trecho horizontal associado a $\sigma = 453,45$ MPa. O valor de L_c estaria de acordo com a proposta de Kelly e Tyson (6) e com o procedimento adotado no trabalho original de piaçava (7).

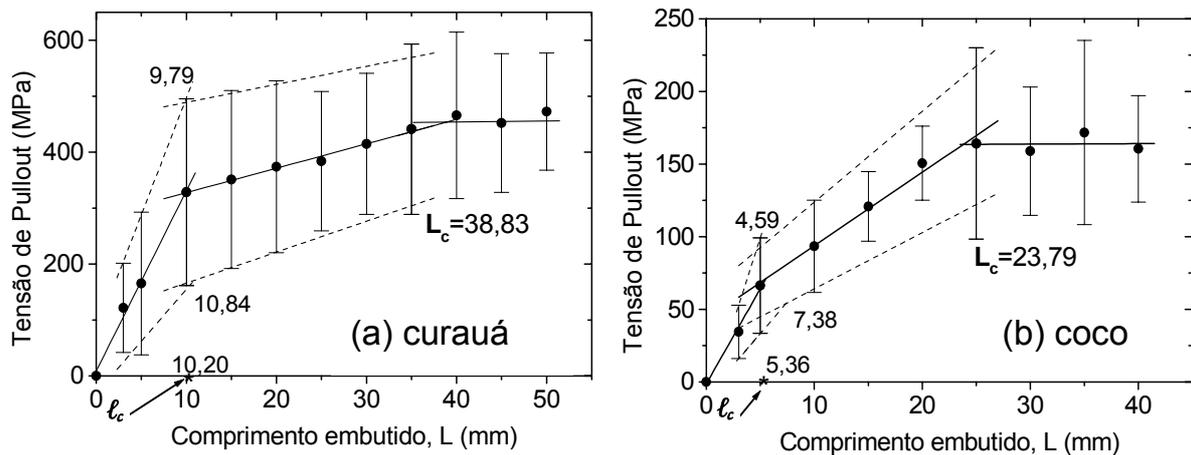


Figura 5. Curvas de pullout para fibras de: (a) curauá e (b) coco.

Considerando-se os limites superior e inferior para os desvios padrão na Figura 5(a), é possível também, por interseção de retas, obter-se prováveis intervalos para a variação de $\Delta\ell_c = \pm 0,53$ mm e $\Delta L_c = \pm 1,37$ mm.

A Figura 5(b) apresenta a curva de pullout para fibras de coco embutidas em cápsulas de poliéster. Uma análise similar àquela feita para a Figura 5(a), correspondente ao sistema curauá/poliéster, revelou os seguintes parâmetros para o sistema coco/poliéster:

- Primeiro trecho linear: $\sigma = 13,12 L$ [7]
- Segundo trecho linear: $\sigma = 5,06 L + 43,18$ [8]
- Patamar horizontal: $\sigma = 163,54$;
- Comprimento limite para livre desacoplamento: $\ell_c = 5,36 \pm 1,40$ mm;
- Comprimento mínimo para não desacoplamento: $L_c = 23,79 \pm 0,73$ mm.

A questão que se coloca é qual seria a maneira mais correta de se avaliar a tensão cisalhante interfacial: utilizando-se ℓ_c ou L_c ? Imaginando-se que, enquanto não for atingido o patamar horizontal associado à resistência à tração da fibra, ainda

estaria ocorrendo desacoplamento entre a fibra e a matriz. Neste caso, L_c seria mais apropriado. Assim, usando-se L_c na Eq. [2] obtém-se o valor mínimo para τ_i . No caso do sistema curauá / poliéster, este valor calculado, para $r = 0,085$ mm, seria $\tau_i = 0,496 \pm 0,018$ MPa e, para o coco/poliéster, com $r = 0,125$ mm, $\tau_i = 0,430 \pm 0,013$ MPa.

Como comentário final aos resultados apresentados neste trabalho, vale mencionar que o conceito de comprimento crítico de uma fibra é aparentemente mais complexo do que foi originalmente proposto por Kelly (11). Pode-se imaginar a existência de uma gama de comprimentos que vai desde o limite, l_c , para o livre desacoplamento através do total e súbito desprendimento da fibra em relação à matriz, até o comprimento mínimo, L_c , para não desacoplar a fibra da matriz. No caso de fibras lignocelulósicas, estes limites ficam evidenciados pela possibilidade de se ajustar, Figura 5, três distintos trechos lineares para a curva de pullout.

CONCLUSÕES

- Ensaios de escorregamento de fibras embutidas em cápsulas simulando o material da matriz, conhecidos como pullout, apresentam resultados mais complexos do que os previstos originalmente por Kelly (11) que os idealizou.
- Curvas de pullout mostram inconsistência se forem considerados somente dois trechos lineares, sendo o último horizontal, para maiores comprimentos embutidos, associado à tensão de ruptura da fibra.
- Um trecho inicial passando pela origem permite determinar um comprimento limite, l_c , para livre desacoplamento da fibra em relação à matriz. O valor de l_c pode ser obtido na interseção deste primeiro trecho com um segundo trecho bem antes de ser atingido o patamar horizontal.
- Para fibras lignocelulósicas embutidas em resina polimérica, caso dos sistemas curauá e coco em cápsulas de poliéster, foi proposta uma metodologia de três trechos lineares.
- Na metodologia aqui proposta, além de se obter l_c , é possível também ter-se o comprimento L_c , mínimo para o não desacoplamento da fibra em relação à matriz. Este valor seria obtido na interseção dos dois últimos trechos e permitiria o cálculo da máxima tensão para cisalhamento da interface fibra/matriz.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio do CNPq, CAPES e FAPERJ. É também motivo de agradecimento a colaboração da Profa. Regina Coeli Aquino na utilização dos dados de piaçava de sua tese de D.Sc..

REFERÊNCIAS

- 1 AGARWAL, B.D.; BROUTMAN, L. J. **Analysis and Performance of Fiber Composites**, Nova York: John Wiley & Sons, 1990.
- 2 ASHBEE, K.H.G. **Fundamental Principles of Fiber Reinforced Composites**, Lancaster: Technomic Pub. Co. Inc., 1993.
- 3 CHAWLA K. K. **Composite Materials**; Nova York: Springer – Verlag 1993,
- 4 HULL, D.; CLYNE T.W. **An Introduction to Composite Materials**, Cambridge: Cambridge Univers. Press, 1981.
- 5 TANAKA, K.; MINOSHIMA, K.; GRELA, W.; KOMAI, K.Characterization of the Aramid/epoxy Interfacial Properties by Means of Pullout Test and Influence of Water Absorption. **Comp. Sci. Technol.**, v. 62, p.2169-2177, 2002.
- 6 KELLY, A.; TYSON, W.R. **High Strength Materials**, Nova York: Wiley, 1965.
- 7 AQUINO, R.C.M.P.; MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. Evaluation of the Critical Fiber Length of Piassava (*Attalea funifera*) Fibers using the Pullout Test"; **J. Mater. Sci. Letters**, v.22, p.1495-1497, 2003.
- 8 MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M.; DE DEUS, J.F. Ensaios de pullout para Avaliar o Tamanho Crítico de Fibras Naturais, In: 60° CONGRESSO ANUAL DA ABM, 2005, Belo Horizonte, Brasil, 1 CD, p.1-10.
- 9 MONTEIRO, S.N.; DE DEUS, J.F.; D'ALMEIDA, J.R.M. Interfacial Strength of Curaua Fiber Reinforced Polyester Composites, In: JORNADAS SAM-CONAMET, 2005, Mar del Plata, Argentina, 1 CD, p.1-6.
- 10 MONTEIRO, S.N.; DE DEUS, J.F.; AQUINO, R.C.M.P.; D'ALMEIDA, J.R.M. Pullout Tests of Coir Fiber to Evaluate the Interface Strength in Polyester Composites, In: CHARACTERIZATION OF MINERALS, METALS & MATERIALS - TMS CONFERENCE, 2006, San Antonio, USA, 1CD, p. 1-8.
- 11 CALLISTER JR., W.D. **Materials Science and Engineering – An Introduction**, Nova York: John Wiley & Sons, 1994, cap. 17, p. 769.
- 12 KELLY, A. **Strong Solids**, Londres: University Press, 1966.
- 13 BLEDZKI, A.K., REIHAME, S.; GASSAN, J. Properties and Modification Methods for Vegetable Fibers for Natural Fiber Composites, **J. Appl. Polym. Sci.**, v. 59, p. 1329-1336, 1996.
- 14 ROUT, J.; MISRA, M.; TRIPATHY, S. S.; NAYAK, S. K.; MOHANTY, A. K. The Influence of Fibre Treatment on the Performance of Coir-Polyester Composites, **Comp. Sci. Technol.**, v. 61, p. 1303-1310, 2001.
- 15 YUE, C.Y.; LOOI, H.C; QUEK, M.Y. Assesment of Fibre-Matrix Adhesion and Interfacial Properties Using the Pullout Test, **Int. J. Adhesion and Adhesives**, v. 15, p.73-80, 1995
- 16 YUE, C.Y.; CHEUNG W.L. Interfacial Properties of Fibrous Composites: Part I. Model for the Debonding and Pullout Processes, **J. Mater. Sci.**, v. 27, p. 3173-3180, 1992.
- 17 FU, S.Y.; LAUKE, B.; MÄDER, E.; Hu, X.; YUE C.Y. Fracture Resistance of Short-Glass-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 AQUINO, R.C.M.P. Desenvolvimento de Compósitos de Fibras de Piaçava da Espécie *Attalea funifera Mart* e Matriz de Resina Poliéster, **Tese de Doutorado**, Universidade Estadual do Norte Fluminense, 2005, p.80.