



COMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI INCORPORADA COM FIBRA DE SISAL – PROPRIEDADES MECÂNICAS E CARACTERÍSTICAS DE FRATURA¹

Wellington Pereira Inácio²
Sergio Neves Monteiro³
Felipe Perissé Duarte Lopes⁴

Resumo

O comportamento mecânico em flexão de compósitos poliméricos reforçados com fibras alinhadas de sisal ainda não havia sido estudado para a matriz epóxi. O objetivo deste trabalho foi investigar as propriedades mecânicas e as características da fratura de compósitos com matriz epoxidica incorporada com até 35% de fibras de sisal. Fibras de sisal, comercialmente obtidas, foram colocadas de maneira alinhada, ao longo de um molde utilizado para a fabricação de compósitos juntamente com resina epóxi misturada ao endurecedor trietileno tetramina (TETA). Após cura a 25°C por um dia, uma nova pós-cura foi feita e corpos de prova de flexão foram ensaiados até a ruptura. A superfície de fratura foi analisada por microscopia eletrônica de varredura. Obteve-se um aumento na resistência à flexão dos compósitos até a fração incorporada de 35% em volume de fibras de sisal. Este efeito de reforço nos compósitos pôde ser interpretado através da observação do processo de interação fibra/matriz durante a propagação das trincas na fratura.

Palavras-chave: Fibra de sisal; Compósito polimérico; Ensaio de flexão; Características da fratura.

SISAL FIBER INCORPORATED EPOXY MATRIX COMPOSITES – MECHANICAL PROPERTIES AND FRACTURE CHARACTERISTICS

Abstract

The flexural mechanical behavior of epoxy composites reinforced with sisal fibers has not yet been studied for the epoxy matrix. The objective of this work was to investigate the mechanical properties and fracture characteristics of epoxy matrix composites incorporated with up to 35% in volume of sisal fibers. Sisal fibers, commercially available, were aligned in a mold used for the manufacture of composite with orthophthalic polyester resin mixed with triethylene tetramine (TETA) hardener. After curing at 25°C for one day other post-cure was done. Bend specimens were tested until rupture. The fracture surface was examined by scanning electron microscopy. An increase in the flexural resistance of composites with up to 35% of sisal fibers was obtained. This effect of strengthening in the composites was interpreted through the observation of the fiber/matrix interaction during cracks propagation in the fracture.

Keywords: Sisal fiber; Polymer composites; Bending test; Fracture characteristics.

¹ Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Graduando, LAMAV – CCT/UENF. netinrj@hotmail.com

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

⁴ Mestrando, LAMAV – CCT/UENF.



1 INTRODUÇÃO

Compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras extraídas de diferentes partes de plantas, ou seja, fibras naturais lignocelulósicas, vêm sendo cada vez mais investigados⁽¹⁻³⁾ e até mesmo empregados industrialmente⁽⁴⁻⁶⁾ por suas vantagens técnicas e econômicas. Além disto, estas fibras lignocelulósicas são alternativas ambientalmente corretas, em comparação com as tradicionais fibras sintéticas, como as de vidro, carbono, náilon e aramida, sobretudo por seus aspectos biodegradáveis e renováveis. No Brasil, a variedade de fibras naturais é uma motivação adicional para as pesquisas de novos compósitos com estas fibras lignocelulósicas,⁽⁷⁻¹⁰⁾ denominados compósitos verdes.

O sisal (*Agave sisalana*), ilustrado na Figura 1, é uma planta de grande interesse econômico no Brasil, principalmente no nordeste brasileiro. Graças à sua resistência à seca e sua perfeita adaptação ao clima semi-árido, a planta deste gênero, tornou-se uma das principais culturas de varias áreas do nordeste brasileiro. Na Bahia, por exemplo, o sisal é o segundo maior produto agrícola exportado,⁽¹¹⁾ o que contribui como renda para muitos agricultores. Mais um ponto positivo do cultivo do sisal é o seu baixo custo e também o fato de ser uma fonte renovável.⁽¹²⁻¹⁶⁾



Figura 1. Típica planta de sisal (a) e suas fibras (b).

Sabendo-se que compósitos reforçados com fibras longas e alinhadas apresentam o melhor desempenho mecânico em comparação com outros tipos de reforços como partículas ou fibras curtas aleatoriamente orientadas,⁽¹⁷⁻²⁰⁾ o objetivo do presente trabalho foi realizar uma avaliação preliminar das propriedades mecânicas em flexão, juntamente com as características microestruturais associadas à fratura, de compósitos de matriz epóxi incorporada com fibras longas e alinhadas de sisal. Vale lembrar que uma fibra longa e contínua deve ter no mínimo 15 vezes o comprimento crítico necessário para garantir maior eficiência no reforço de um compósito.⁽²¹⁾

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As fibras de sisal foram comercialmente obtidas como material de construção na forma de um grande feixe. Iniciando a realização do presente trabalho, foram retiradas aleatoriamente do feixe 100 amostras de fibras para uma avaliação estatística do comprimento e do diâmetro como mostrado nos histogramas da Figura 2. A partir destes histogramas obteve-se um comprimento médio de 73,38 mm e um diâmetro médio de 0,13 mm. É importante notar no histograma de



comprimento da Figura 2 que o tamanho máximo das fibras de sisal estudadas, correspondente ao disponível comercialmente, foi de 100 mm. Tendo em vista os resultados da avaliação do comprimento crítico das fibras de sisal em matriz de poliestireno como sendo de 10 mm,⁽²²⁾ não é possível afirmar que as fibras do presente trabalho sejam longas.

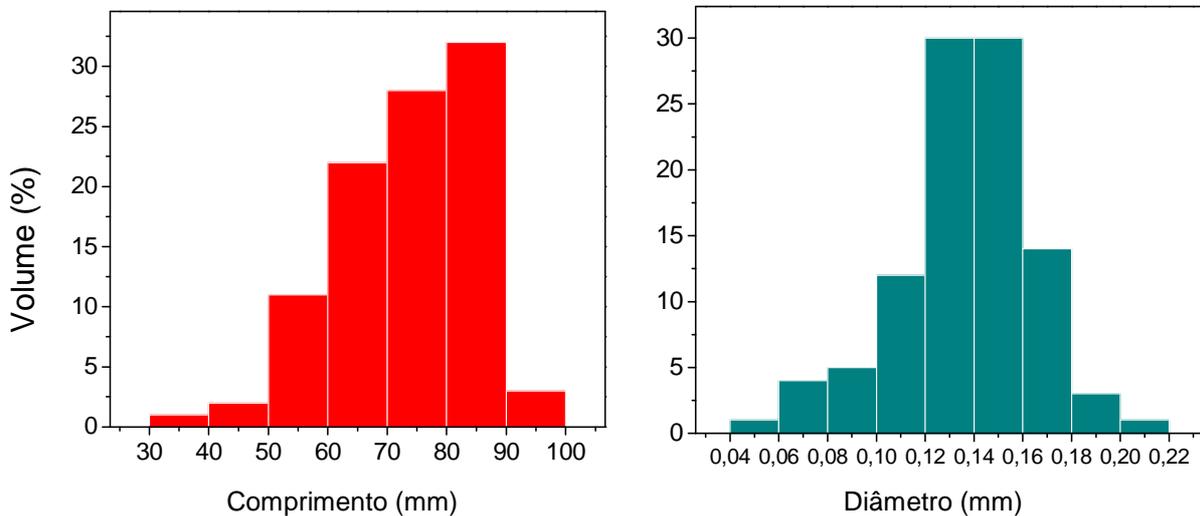


Figura 2. Distribuição estatística do comprimento e diâmetro das fibras de sisal.

Conjuntos contendo separadamente 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30% e 35% em volume destas fibras foram alinhados ao longo de toda a extensão de um molde de aço com dimensões de 152 x 122 mm. O volume de 35% de fibra de sisal foi o maior possível de ser introduzido no molde permitindo ainda a impregnação da resina. Acima deste valor, os compósitos fabricados pelo processo manual empregado no presente trabalho apresentavam muitos vazios, sem uma consolidação estrutural. Vazou-se então, por sobre as fibras, resina epóxi do tipo éter diglicídico do bisfenol A (DGEBA), ainda líquida, mas já misturada estequiometricamente com 13 partes de endurecedor trietileno tetramina (TETA) para 100 partes de resina, ou seja, phr 13. As placas prontas destes compósitos foram curadas à temperatura ambiente, cerca de 25°C por 24 horas e em seguida, uma nova pós-cura de 60°C por 4 horas foi feita visando aumentar as propriedades mecânicas do material, mantendo-se uma carga constante de uma tonelada sobre a tampa do molde para facilitar a impregnação da resina poliéster por entre as fibras de sisal.

Após a cura, cada placa correspondente a uma determinada fração de fibra de sisal foi cortada segundo a direção de alinhamento das fibras em 6 corpos de prova retangulares com dimensões nominais de 122 x 25 x 8 mm. Antes dos ensaios, cada corpo de prova foi medido com paquímetro em dez posições, tanto na largura, quanto na espessura, para um cálculo preciso da resistência dos compósitos.

Os corpos de prova foram submetidos a ensaios de flexão em três pontos, segundo a norma ASTM D 790-03, em máquina Instron 5582. Com uma distância entre os suportes constante e igual a 90 mm, correspondendo a uma relação de abertura para profundidade (*span-to-depth ratio*) de aproximadamente 9. Assim, a tensão limite σ_m (MPa) de resistência à flexão foi obtida diretamente da carga Q (N) máxima pela relação:

$$\sigma_m = \frac{135}{bd^2} \times Q_m \quad (1)$$

onde b é a largura e d a espessura do corpo de prova, ambas em milímetros.

Amostras da superfície fraturada dos corpos de prova foram metalizadas com ouro, para análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando imagens geradas por elétrons secundários a 15 kV em um microscópio Jeol, modelo JSM-6460 LV do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, PEMM/COPPE/UFRJ.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Exemplos das curvas de carga aplicada vs. a deformação em corpos de prova de flexão estão ilustrados na Figura 3 para diferentes frações incorporadas de fibra de sisal.

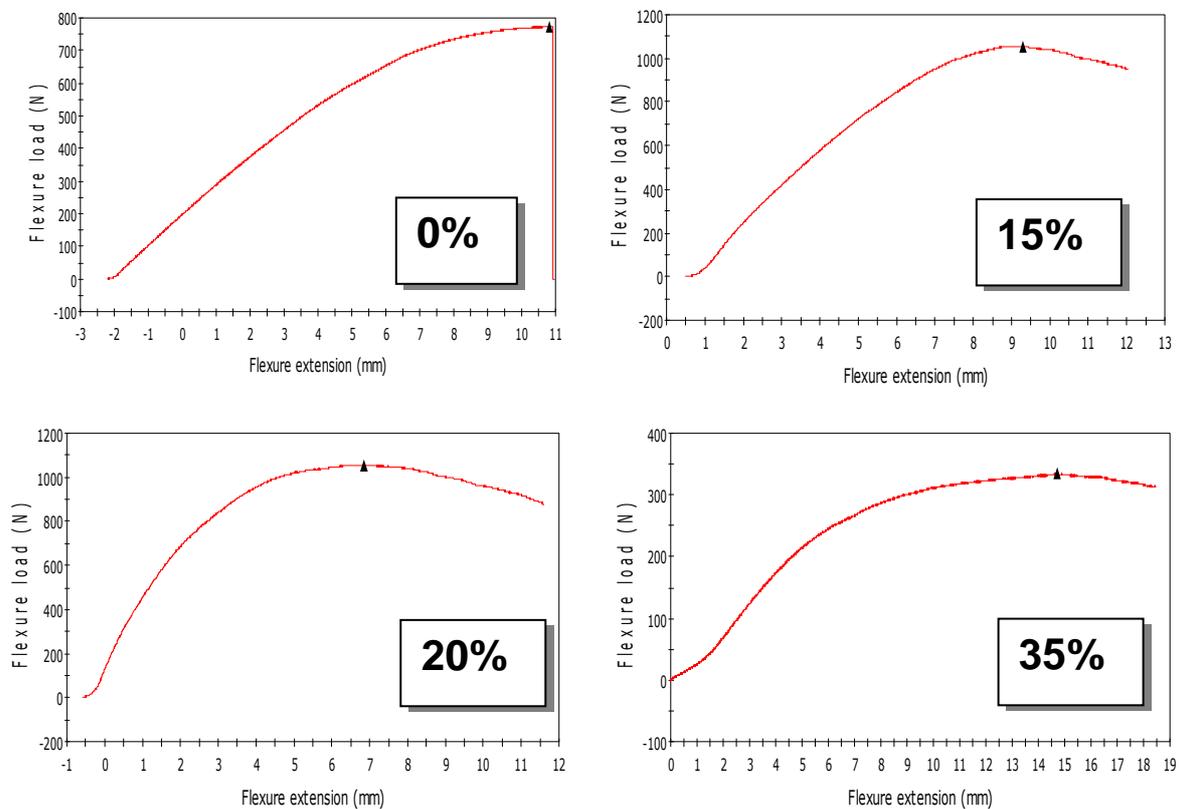


Figura 3. Curvas de carga vs. deformação para ensaios de flexão dos diferentes compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras sisal.

A partir de curvas como as da Figura 3, obteve-se o valor das cargas máximas, Q_m , e calculou-se, pela Eq. (1), a tensão máxima, σ_m , também conhecida como módulo de ruptura em flexão. Com base nestes valores, construiu-se o gráfico de variação da resistência a flexão dos compósitos em função da fração em volume de fibras de sisal, como mostrado na Figura 4.

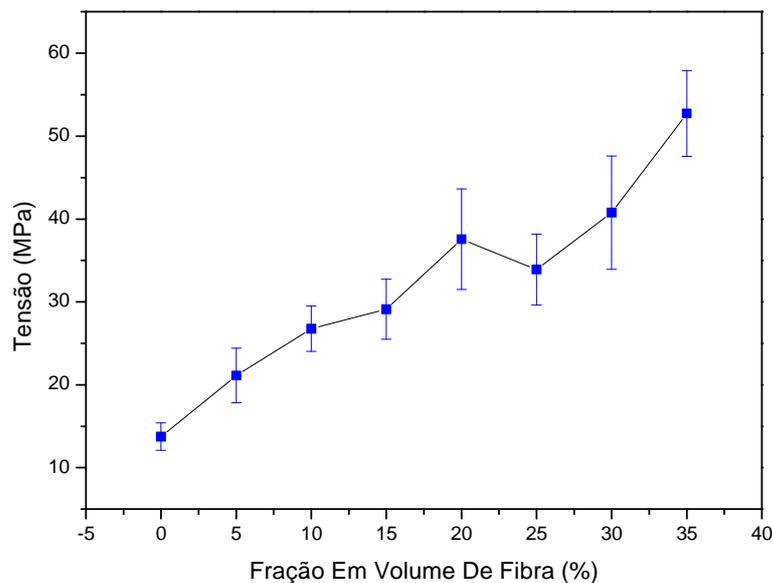


Figura 4. Variação da resistência à flexão dos compósitos epoxídicos com diferentes frações incorporada de fibras de sisal.

Nesta figura, alguns pontos merecem ser destacados. O fato marcante é a grande dispersão no desvio padrão, que caracteriza a barra de erro, para quase todos os pontos do gráfico. Em grande parte, isto é consequência da natureza heterogênea das fibras lignocelulósicas.⁽¹⁻³⁾ Devido a esta grande dispersão, todos os pontos do gráfico da Figura 4 até o do compósito com 35% de fibra de sisal, apresentam intervalos das respectivas barras de erro de tal maneira que permitem afirmar estar ocorrendo um efetivo aumento na resistência à flexão. Esta interpretação dos resultados dos ensaios de flexão na Figura 4 indicaria que as fibras alinhadas de sisal constituem-se em efetivo reforço para compósitos com matriz epóxi. Isto é, até 35% em volume de incorporação destas fibras, estatisticamente, não pode-se afirmar ter ocorrido aumento na resistência do compósito correspondente à da resina epóxi pura. Para 35% de incorporação, já ocorre um decréscimo na resistência (Figura 4), o que pode ser atribuído aos vazios decorrentes do processamento manual que dificulta a impregnação das fibras pela resina.

Caso sejam considerados somente os valores médios dos pontos na Figura 4, verifica-se uma tendência significativa de aumento até 35% de fibra de sisal, o que então indicaria substancial reforço à matriz do compósito. De qualquer maneira, o valor relativamente elevado da resistência do epóxi⁽²¹⁾ empregado como matriz, da ordem de 15 MPa, justifica a incorporação de fibras de sisal, mais baratas que a resina epóxi, para a fabricação de compósitos que possam concorrer com materiais convencionais para construção civil e mobiliário. Situação similar foi verificada em compósitos de matriz poliéster incorporada com fibras de coco,^(22,23) que não apresentam efeito de reforço, mas possuem potencial para aplicações práticas em função do seu baixo custo.

Outro ponto relevante de ser mencionado é que as fibras de sisal que foram comercialmente adquiridas possuem um comprimento tal que não permite caracteriza-las como longas. De fato, o valor máximo da distribuição estatística do

histograma da Figura 2 é de 100 μm . Este valor é inferior a 15 vezes o provável comprimento crítico de 10 mm das fibras de sisal, como anteriormente indicado.⁽¹⁴⁾ Desta forma, não se pode considerar as fibras empregadas neste trabalho como sendo longas.⁽²¹⁾ Conseqüentemente, a incorporação dessas fibras de sisal à matriz epóxi não permite que se atinjam as condições efetivas de reforço previstas pela equação da Regra das Misturas, ainda que as fibras sejam alinhadas no molde. Além disso, o comprimento do corpo de prova de 122 mm, ao longo do qual as fibras foram alinhadas é maior do que quaisquer das fibras de sisal. Isto também não contribui para se atingir as condições ideais de reforço por fibras longas e contínuas no compósito.

Em princípio, o fato das fibras de sisal não serem longas serve como uma das principais razões para estas fibras, apesar de terem boa resistência à tração,⁽⁸⁾ não apresentarem seu máximo potencial de reforço em compósitos com matriz epóxi como mostrado na Figura 4. Os resultados obtidos na Figura 4 podem ser interpretados com base nos mecanismos responsáveis pela fratura dos corpos de prova. Assim, a Figura 5 apresenta a fratura da resina epóxi pura, ou seja, 0% de fibra de fibra, rompida em flexão. Nesta figura observa-se, com menor aumento (Figura 5a), uma fratura lisa com aspecto frágil, característico deste tipo de resina.⁽²¹⁾ Com maior aumento (Figura 5b), notam-se marcas características da propagação de uma trinca pela frágil matriz epóxi.

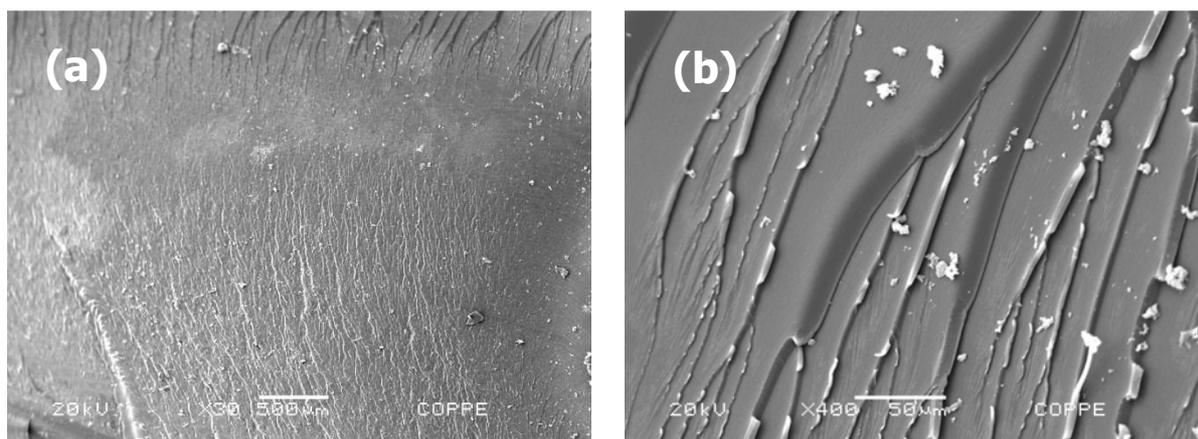


Figura 5. Fractografia por MEV da ruptura em flexão de um corpo de prova de resina epóxi pura. (a) menor aumento e (b) maior aumento.

A Figura 6 apresenta a fratura de um dos corpos de prova do compósito com 35% em volume de fibras de sisal. Em média, estes corpos de prova apresentaram um desempenho em flexão bem superior ao da resina epóxi pura. Nesta figura deve ser notada, com menor aumento (Figura 6a), a matriz de epóxi ao fundo com vazios correspondentes a locais onde fibras foram sacadas durante a ruptura, possivelmente devido à fraca adesão com a matriz. Notam-se também, com maior aumento (Figura 6b), algumas fibras (fora de foco) projetando-se da matriz. O fato destas fibras não terem sido rompidas indica que serviram de obstáculo às trincas que se propagavam pela frágil matriz de epóxi. Mais ainda, a resistência relativamente elevada das fibras de sisal⁽⁸⁾ associada à sua flexibilidade, dificulta a ruptura total do corpo de prova, aumentando significativamente sua deformação total, como mostrado na curva de 35% de fibra na Figura 3.

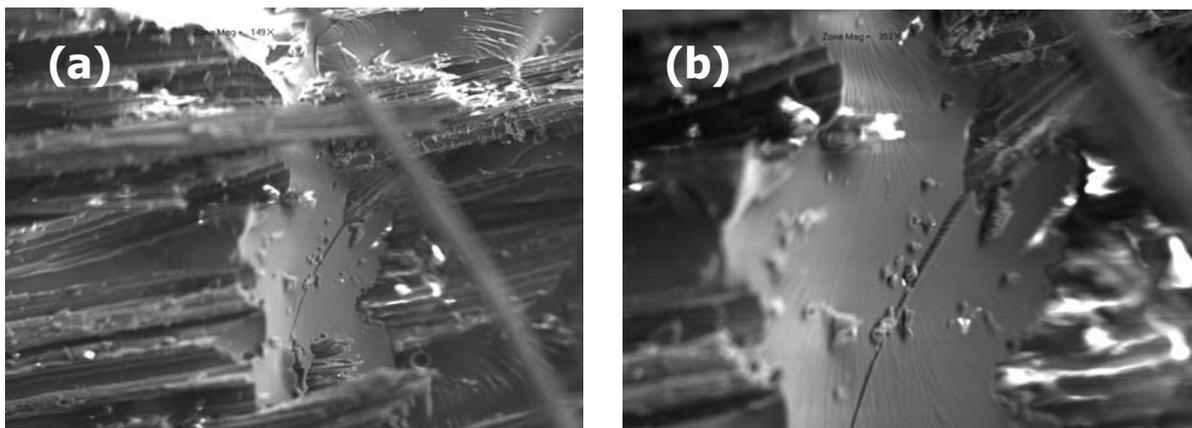


Figura 6. Fractografia por MEV da ruptura em flexão de um corpo de prova de compósito de matriz epóxi incorporado com 35% de fibras de sisal: (a) menor aumento (149X) e (b) maior aumento (353X).

Para maiores frações de fibras de sisal incorporadas ao compósito, durante o processamento, a resina epóxi deixa de impregnar com eficiência as fibras. Em consequência, após a fabricação manual, muitos vazios e bolhas ficam retidos na matriz, o que compromete o efeito de reforço produzido pelas fibras de sisal. Ainda assim continua ocorrendo um significativo aumento na resistência do compósito como foi mostrado na Figura 4.

4 CONCLUSÕES

Compósitos de matriz epóxi incorporada com fibras alinhadas de sisal apresentam um aumento na resistência até a fração de 35% em volume de fibra, o que caracteriza um efeito de reforço.

As fibras de sisal, embora tenham elevada resistência mecânica, estão associadas a uma fraca interface com a matriz epoxidica. Isto permite que trincas que esbarrem nas fibras prossigam através da sua superfície, contribuindo para a ruptura do compósito.

Incorporações de fibras de sisal maiores que 35% em volume reduziram a resistência do compósito com matriz epóxi possivelmente devido a dificuldades de processamento manual que não garante boa impregnação de tal quantidade de fibra pela resina epóxi.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CNPq, Capes e Fenorte/Tecnorte. É também motivo de agradecimento a permissão para uso 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 NABI SAHEB, D.; JOG, J.P. Natural fiber polymer composites: A review. *Advances in Polymer Technology*, v. 18, p. 351-363, 1999.
- 3 EICHHORN, S. J.; BAILLIE, C.A.; ZAFEIROPOULOS, N.; MWAKAMBO, L.Y.; ANSELL, M.P.; DUFRESNE, A. Review of current international research into cellulosic fibres and composites. *J. Mater. Science*, v. 36, p. 2107-2113, 2001.



- 4 HILL, S. Cars that grow on trees. *New Scientists*, v. 153(2067), p. 36-39, 1997.
- 5 MARSH, G. Next step for automotive materials. *Mater. Today*, v. 6, n. 4, p.36-43, 2003.
- 6 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.
- 7 SATYANARAYANA, K.G.; WYPYCH, F.; GUIMARÃES, J.L.; AMICO, C.S.; SYDENSTRICKER, T.H.D.; RAMOS, L.P. Studies on natural fibers of Brazil and green composites. *Met. Mater. Proc.*, v. 17, n. 3-4, p. 183-194, 2005.
- 8 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.
- 9 MOHANTY, A.K.; MISRA, M. Studies on jute composites - a literature-review. *Polym.-Plast. Technol And Eng.*, v. 34, n. 5, p. 729-792, 1995.
- 10 WHITE, N.M.; ANSELL, M.P. Straw reinforced polyester composites. *J. Mater. Sci.*, v. 18, n. 5, p. 1549-1556, 1983.
- 11 SILVA, A.L.V.; OLIVEIRA, I.F.; COSTA, I.S.; ESTRELA, L. APAEB: Uma história de fibra, luta e subsistência. Feira de Santana, BA: Editora Feira de Santana, 1993.
- 12 PAIVA, J.M.F.; FROLLINI, E. Unmodified and modified surface sisal fibers as reinforcement of phenolic and lignophenolic matrices composites: thermal analyses of fibers and composites. *Macromol Mater Eng.*, v. 291, p. 405–417, 2006.
- 13 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.
- 14 NAIR, K.C.M.; DIWAN, S.M.; THOMAS, S. Tensile properties of short sisal fiber reinforced polystyrene composites, *J. Appl. Polym. Sci.*, v.60, n. 9, p. 1483-1497, 1996.
- 15 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.
- 16 MISHRA, S.; MOHANTY, A.K.; DRZAL, L.T.; MISRA, M.; HINRICHSEN G. A review on pineapple leaf fibers, sisal fibers and their composites. *Macromol Mater Eng.*, v. 289, p. 955–974, 2004.
- 17 HULL, D.; CLYNE, T.W. *An Introduction to Composite Materials*, Cambridge: Cambridge Univers. Press, 1981.
- 18 AGARWAL, B.D.; BROUTMAN, L.J. *Analysis and Performance of Fiber Composites*, Nova York: John Wiley & Sons, 1990
- 19 ASHBEE, K.H.G. *Fundamental Principles of Fiber Reinforced Composites*, Lancaster: Technomic Pub.Co. Inc., 1993.
- 20 CHAWLA, K.K. *Composite Materials*, New York: Springer–Verlag, 1993.
- 21 CALLISTER Jr., W.D. *Materials Science and Engineering – An Introduction*, 5ª Edição, Nova York : John Wiley & Sons, 2000.
- 22 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; LOPES, F.P.D.; D'ALMEIDA, J.R.M. Mechanical Strength of Polyester Matrix Composites Reinforced with Coconut Fiber Wastes, *Rev. Mater.*, v.10, n. 4, p.571-576, 2005.
- 23 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; D'ALMEIDA, J.R.M.; OLIVEIRA, L.B. Aplicações Tecnológicas para Compósitos Poliméricos de Mantas de Fibra de Coco, In: 60º CONGRESSO ANUAL DA ABM, 2005, Belo Horizonte, Brasil, p.1540-1548.