

## EFEITO DA ABSORÇÃO D'ÁGUA NA DEGRADAÇÃO DE COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM FIBRAS NATURAIS\*

Rosana Vilarim da Silva<sup>1</sup>

Nicholas Henrique dos Santos Rupp<sup>2</sup>

Mateus Ciriaco Amara<sup>2</sup>

Hiury Voltz<sup>2</sup>

André Itman<sup>3</sup>

### Resumo

Uma das linhas de pesquisa de destaque na vasta área dos compósitos poliméricos é a da utilização de fibras naturais como agentes de reforçamento. Apesar das inúmeras vantagens essas fibras apresentam limitações, como alta absorção de umidade e baixo desempenho mecânico, que restringem sua utilização em aplicações estruturais. Buscando minimizar estes problemas foram desenvolvidos neste trabalho três compósitos híbridos associando uma fibra natural (sisal, coco e bucha vegetal), com a fibra de vidro. O objetivo foi avaliar o processo de absorção d'água e seu efeito nas propriedades mecânicas em tração dos compósitos. A técnica de fabricação foi a moldagem manual seguida de compressão. Os compósitos são laminados de cinco camadas; três camadas de fibras de vidro intercaladas com duas camadas de fibras naturais. A matriz é a resina poliéster ortoftálica. A caracterização destes compósitos foi feita por ensaios de absorção d'água e ensaios de tração em duas condições: seco e após saturação por água. O híbrido sisal/vidro foi o que apresentou o melhor desempenho mecânico, seguido dos híbridos coco/vidro e bucha/vidro. A absorção d'água causou redução das propriedades mecânicas. O híbrido bucha/vidro foi o que apresentou o menor percentual de redução após a saturação, apesar de absorver o maior percentual d'água.

**Palavras-chave:** Compósitos híbridos; Fibras naturais; Absorção de umidade.

### EFFECT OF WATER ABSORPTION IN DEGRADATION OF HYBRID COMPOSITES WITH NATURAL FIBRES

#### Abstract

One of the most important research lines in the vast area of polymeric composites is the use of natural fibers as reinforcement agents. Despite the many advantages these fibers have limitations, such as, high moisture absorption and low mechanical performance, restricting its use in structural applications. In order to minimize these problems have been developed in this work three hybrid composites combining a natural fiber (sisal, coir and loofah), with glass fiber. The aim is to evaluate the water absorption process and its effect on the tensile mechanical properties of the composites. The composites were made by hand lay-up followed by compression molding. They are laminates with five layers; three layers of glass fibers interspersed with two layers of natural fibers. The matrix was the orthophthalic polymeric resin. The characterization of these composites was made by water absorption test and tensile test on two conditions: dry and after water saturation. The hybrid sisal/glass presented the best mechanical performance, followed by coir/glass and loofah/glass composites. Water absorption causes reduction of mechanical properties. The hybrid loofah/glass presented the lowest percentage of reduction after saturation, despite having the highest level of water absorption.

**Keywords:** Hybrid composites; Natural fibres; Moisture absorption.

<sup>1</sup> Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais pela USP-São Carlos, professora do Instituto Federal do Espírito Santo – IFES, Vitória, ES, Brasil.

<sup>2</sup> Graduando em Engenharia Metalúrgica no Instituto Federal do Espírito Santo - IFES, Vitória, ES, Brasil.

<sup>3</sup> Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais pela UFSCar, professor do Instituto Federal do Espírito Santo – IFES, Vitória, ES, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

Uma linha de pesquisa que se destaca na vasta área dos materiais compósitos é a da utilização de fibras naturais como agentes de reforçamento em matrizes poliméricas. O interesse nessas fibras não é recente, as primeiras patentes são da década de 60. Porém, só a partir da década de 90 cresce o interesse nesses materiais devido principalmente as questões ambientais. Associado aos aspectos ambientais há também os aspectos tecnológicos e as vantagens econômicas no uso dessas fibras. A questão social também é levada em consideração uma vez que essas fibras são geralmente produzidas por pequenos produtores rurais em regiões economicamente pobres.

Fibras naturais podem ser utilizadas em diversos setores industriais, tais como, civil, construção, movelaria e indústria automotiva. As principais vantagens dessas fibras em relação às fibras sintéticas são: baixa densidade, biodegradabilidade, baixo custo e atoxicidade. As desvantagens incluem a baixa temperatura de processamento, limitada a 200°C, a falta de uniformidade de propriedades e dimensões, decorrente de condições específicas de plantio e processamento, o baixo desempenho mecânico e a alta absorção de umidade.

A alta absorção de umidade é um fator limitante em diversas aplicações, pois as fibras tendem a inchar ocasionando deformação dimensional no compósito, além de acréscimo de massa. Essa característica pode vir a prejudicar o desempenho mecânico do material. Uma forma de minimizar estes problemas é associando fibras naturais com fibras sintéticas formando um compósito híbrido. A fibra sintética atua como barreira química protegendo a fibra natural e reduzindo a absorção d'água do compósito. Além disso, verifica-se um ganho expressivo nas propriedades mecânicas do compósito com a hibridização. Por outro lado, perde-se quanto à questão da biodegradabilidade com o uso da fibra sintética.

Numa busca simples nas bases de pesquisa podem ser encontrados diversos trabalhos relativos à absorção de umidade de compósitos com fibras naturais, porém poucos relativos aos compósitos híbridos [1,2].

Neste trabalho foram desenvolvidos compósitos poliméricos híbridos utilizando fibras naturais, no caso a fibra de sisal, de coco e a bucha natural, em associação com a fibra de vidro. O objetivo do trabalho foi avaliar o processo de absorção d'água e seu efeito nas propriedades mecânicas em tração dos compósitos.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

Como matriz foi utilizada a resina poliéster ortoftálica (NOVAPOL L120), catalizada com 1% em peso de MEKP. O reforço consistiu de fibras de vidro-E (manta com 450g/m<sup>2</sup>) e fibras vegetais de sisal, coco e bucha vegetal. Foram confeccionadas mantas com as fibras vegetais como descrito a seguir. As fibras de sisal foram cortadas com aproximadamente 17 mm de comprimento e distribuídas aleatoriamente em cima de uma placa metálica. Uma segunda placa foi depositada sobre a primeira para exercer pressão formando uma manta de fibras com 290 mm x 170 mm<sup>2</sup> e gramatura aproximada de 487 g/m<sup>2</sup>. As fibras de coco foram cortadas e prensadas da mesma forma, mantendo a mesma gramatura. No caso da bucha vegetal o processo é mais simples, basta abrir a bucha cortando-a na metade da

espessura, retirar as sementes e cortá-la nas mesmas dimensões das outras mantas. A gramatura da manta de bucha foi de aproximadamente 500 g/m<sup>2</sup>.

A Figura 1 mostra as mantas das três fibras vegetais. Deve ser enfatizado que a gramatura dessas mantas é bem próxima da manta de fibra de vidro.

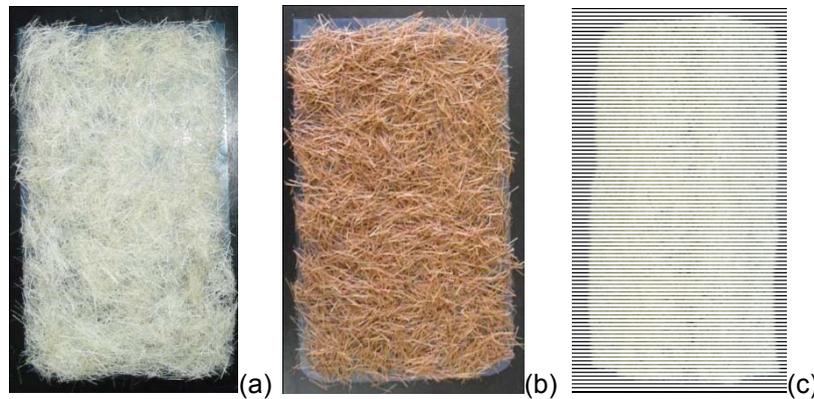


Figura 1. Mantas de fibras de sisal (a), fibras de coco (b), e bucha natural (c).

## 2.2 Fabricação dos Compósitos

Foram fabricados três compósitos híbridos, quais sejam: sisal/vidro, coco/vidro e bucha/vidro. Todos na forma de laminados com cinco camadas sendo três camadas de fibras de vidro (duas externas e uma central) intercaladas com duas camadas de fibras vegetais. Foi também fabricado um laminado com cinco camadas de fibra de vidro, que serviu como termo comparativo nas análises da densidade e da absorção d'água. O processo de fabricação foi o de moldagem manual seguida de compressão em molde fechado. O molde possui 290 mm de comprimento por 170 mm de largura. A espessura do moldado varia conforme desejado. Após a laminação manual o molde foi fechado com parafusos para compressão do laminado. A desmoldagem foi feita após 24h. Ao final do processo foram obtidas placas de material compósito com aproximadamente 3,3 mm de espessura.

## 2.3 Análises e Ensaios

Os corpos de prova para os ensaios de tração e medida da densidade foram usinados das placas fabricadas. As laterais dos corpos de prova foram lixadas e polidas com técnicas comuns de metalografia. Isto permite posterior análise da microestrutura dos compósitos. A densidade dos compósitos foi determinada segundo a norma ASTM D792 [3]. O teor de fibra de vidro foi determinado em um ensaio de calcinação de acordo com a norma ASTM D3171 [4]. Para a análise da microestrutura dos compósitos foi utilizado um microscópio ótico confocal Leica DCM 3D.

O levantamento do perfil de absorção d'água dos compósitos foi realizado de acordo com a norma ASTM D570 [5]. A dimensão dos corpos de prova foi de 25,4 mm x 76,2 mm. Os corpos de prova foram pesados em uma balança com precisão de 0,0001 g e levados a uma estufa, onde permaneceram por 24 horas na temperatura de 50°C. Posteriormente foram postos em um dessecador até que sua temperatura se equilibrasse com a temperatura ambiente. Foram novamente pesados e imediatamente imersos em água destilada. A primeira pesagem foi realizada após 24h de imersão, e as pesagens subsequentes após uma semana da pesagem

anterior. O incremento percentual médio das massas dos corpos de prova (M%) foi determinado a partir da equação 1:

$$M\% = \frac{M_{úmida} - M_{seca}}{M_{seca}} \cdot 100 \quad (1)$$

Onde  $M_{úmida}$  é a massa do corpo de prova imerso e  $M_{seca}$  é a condição de equilíbrio (massa antes da imersão). Para cada compósito foi utilizada a média de quatro corpos de prova.

Os ensaios de tração foram realizados a temperatura ambiente de acordo com a norma ASTM D3039 [6]. Um mínimo de oito corpos de prova, para cada condição, foi ensaiado numa máquina universal de ensaios EMIC DL10000.

Os corpos de prova para o ensaio de tração foram divididos em dois grupos, denominados de SECO e SATURADO. O primeiro grupo foi ensaiado logo após a preparação dos corpos de prova. Os corpos de prova do segundo grupo foram imersos em água destilada onde permanecerão até que fosse alcançada a saturação por umidade. O tempo para a saturação foi determinado através do ensaio de absorção d'água. Antes da imersão os corpos de prova foram secos em estufa e resfriados naturalmente dentro de um dessecador. A água de imersão foi trocada a cada duas semanas.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

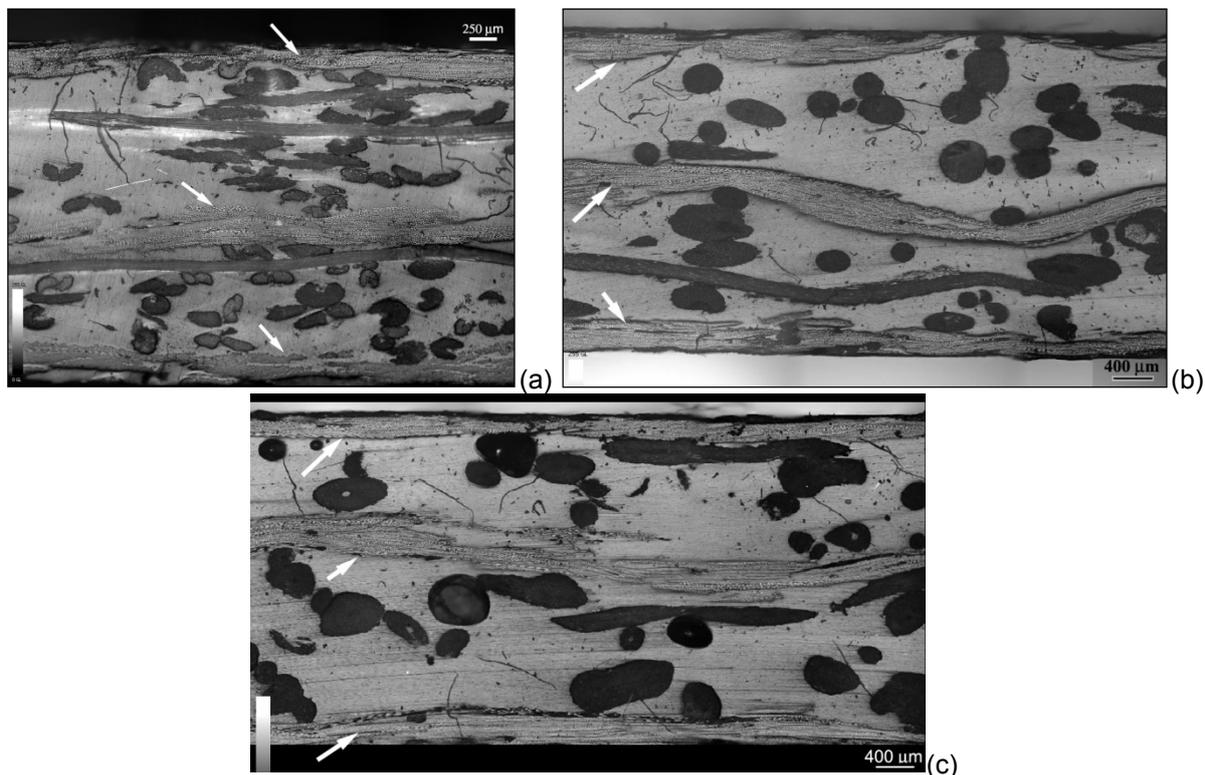
Na tabela 1 constam os valores da densidade e teor de fibra de vidro dos compósitos. A densidade dos compósitos híbridos foi menor que do compósito apenas com fibra de vidro devido a menor densidade das fibras naturais. A fração volumétrica da fibra de vidro no laminado unicamente com fibra de vidro foi de 30%, valor considerado muito bom, em se tratando de um processo manual. Nos compósitos híbridos a substituição de duas camadas de fibra de vidro por fibras naturais reduziu em torno de 50% o percentual de fibra de vidro utilizada. Vale lembrar que no ensaio de calcinação dos compósitos híbridos não é possível determinar a fração volumétrica das fibras vegetais e da resina uma vez que ambas são queimadas durante o ensaio, idem para a fração volumétrica de vazios.

**Tabela 1.** T Densidade e fração volumétrica dos constituintes

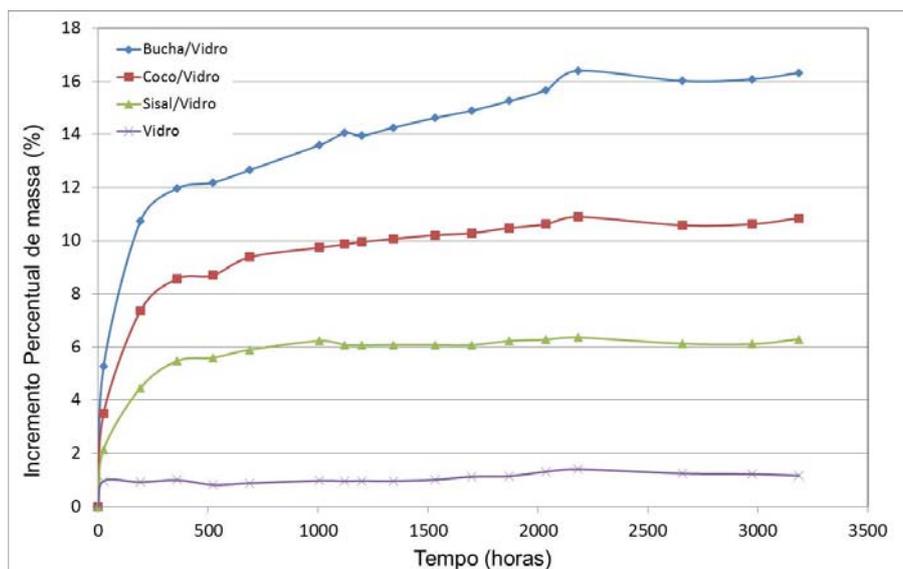
Compósitos	Sisal/Vidro	Coco/Vidro	Bucha/Vidro	Vidro
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	1,40±0,02	1,30±0,01	1,23±0,01	1,58±0,01
Fração volumétrica da fibra de vidro (%)	16,82±0,15	14,92±0,13	14,30±0,08	30,01±0,26

A Figura 2 apresenta a microestrutura dos compósitos; setas brancas indicam as camadas de fibra de vidro. As camadas internas de fibras naturais apresentam distribuição irregular das fibras com predominância de matriz (em maior percentual). Bolhas e vazios estão presentes em todos os compósitos.

O perfil de absorção d'água dos compósitos é apresentado na Figura 3. O perfil relaciona o incremento percentual médio das massas das amostras (M%) com o tempo de imersão em horas. Segundo a norma ASTM D570 [5], os corpos de prova podem ser considerados saturados quando apresentarem diferença, entre duas pesagens subsequentes, inferior a 1 % ou 5 mg, padrão que deve se repetir em três pesagens consecutivas.



**Figura 2.** Microestrutura dos compósitos. a) Sisal/vidro, b) Coco/vidro, c) bucha/vidro.



**Figura 3.** Perfil de absorção d'água dos compósitos.

Analisando a curva de absorção nota-se que para os compósitos híbridos a taxa de absorção é alta no início do ensaio sendo reduzida progressivamente até a estabilização da massa. Já o compósito de fibra de vidro apresenta uma taxa de absorção bem menor, sendo rapidamente saturado.

O percentual de absorção foi maior para o híbrido com bucha natural, com aproximadamente 16%, comparado ao híbrido com fibra de coco, 11% e o híbrido com fibra de sisal, 6%. O compósito apenas com fibra de vidro saturou após 500 h de imersão com aproximadamente 1,5%, confirmando dados da literatura [7,8].

O alto percentual de absorção dos compósitos híbridos é devido primariamente à natureza hidrófila das fibras naturais, uma vez que a absorção da resina poliéster é

desprezível [9,10]. Considerando que os compósitos híbridos deste trabalho têm aproximadamente o mesmo percentual de fibra natural, as diferenças nos percentuais podem ser atribuídas às características de cada fibra.

Os três principais constituintes das fibras naturais são a celulose, a lignina e hemicelulose, destes a hemicelulose é a principal responsável pela absorção de água, ainda que a lignina e a celulose não-cristalina tenham também sua participação [11]. A tabela 2 apresenta o percentual destes constituintes para as fibras de sisal, coco e bucha vegetal, conforme literatura pesquisada [12-14]. A bucha vegetal é a que apresenta o maior percentual de hemicelulose o que justifica o alto percentual de absorção do híbrido bucha/vidro. A fibra de coco é a que apresenta o menor percentual de hemicelulose, menos de 0,5 % e, no entanto o híbrido coco/vidro apresentou absorção maior do que o híbrido sisal/vidro que tem maior percentual de hemicelulose. O alto percentual de lignina da fibra de coco comparado às demais fibras, pode ser responsável pela sua maior absorção.

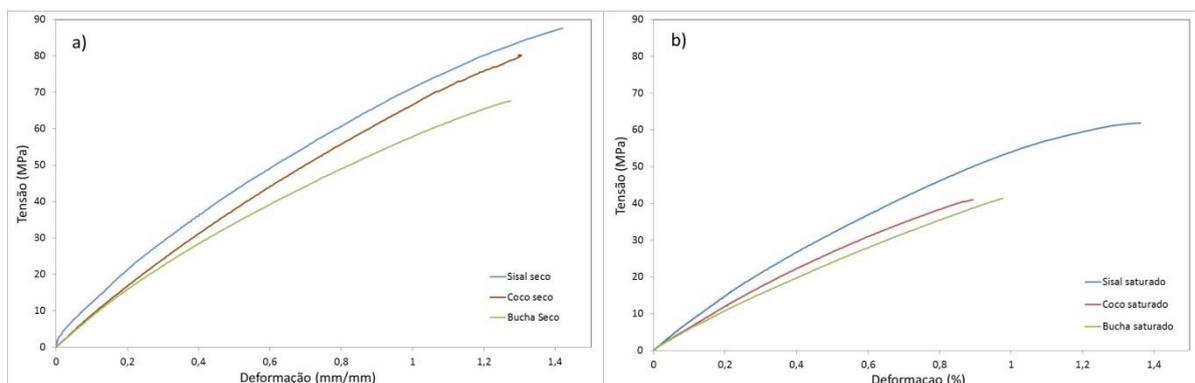
O longo tempo para a saturação dos compósitos híbridos (até três meses) está relacionado à estrutura dessas fibras que possuem várias camadas, com diferentes espessuras e características, dispostas ao redor de um núcleo oco chamado de lúmen. A absorção se dá camada por camada e também através do lúmen, principalmente quando são utilizadas fibras curtas. Obviamente existem outros fatores influenciando no processo de absorção dos compósitos híbridos, como a qualidade da interface fibra/matriz, a presença de vazios, a hibridização e a configuração do laminado [11].

É importante ressaltar que foram utilizadas mantas de fibra de vidro nas camadas externas dos laminados híbridos, com o objetivo de proteger as fibras naturais, que ficam nas camadas internas, e assim reduzir a absorção d'água do compósito.

**Tabela 2.** Composição química dos principais constituintes das fibras de sisal, coco e bucha vegetal (% em peso) [12-14]

Fibras	Sisal	Coco	Bucha
Celulose	67 - 78	36 - 43	63
Hemicelulose	10-14,2	0,15 – 0,25	19
Lignina	8 - 11	41 - 45	11,2

Curvas representativas do comportamento Tensão x Deformação dos compósitos híbridos são apresentadas na Figura 4. Os compósitos foram ensaiados em duas condições: Seco e Saturado. As curvas apresentam comportamento quase-linear até a fratura; típico de compósitos com matriz termorrígida, lembrando que a matriz está presente em maior percentual. A absorção d'água não altera o comportamento das curvas.

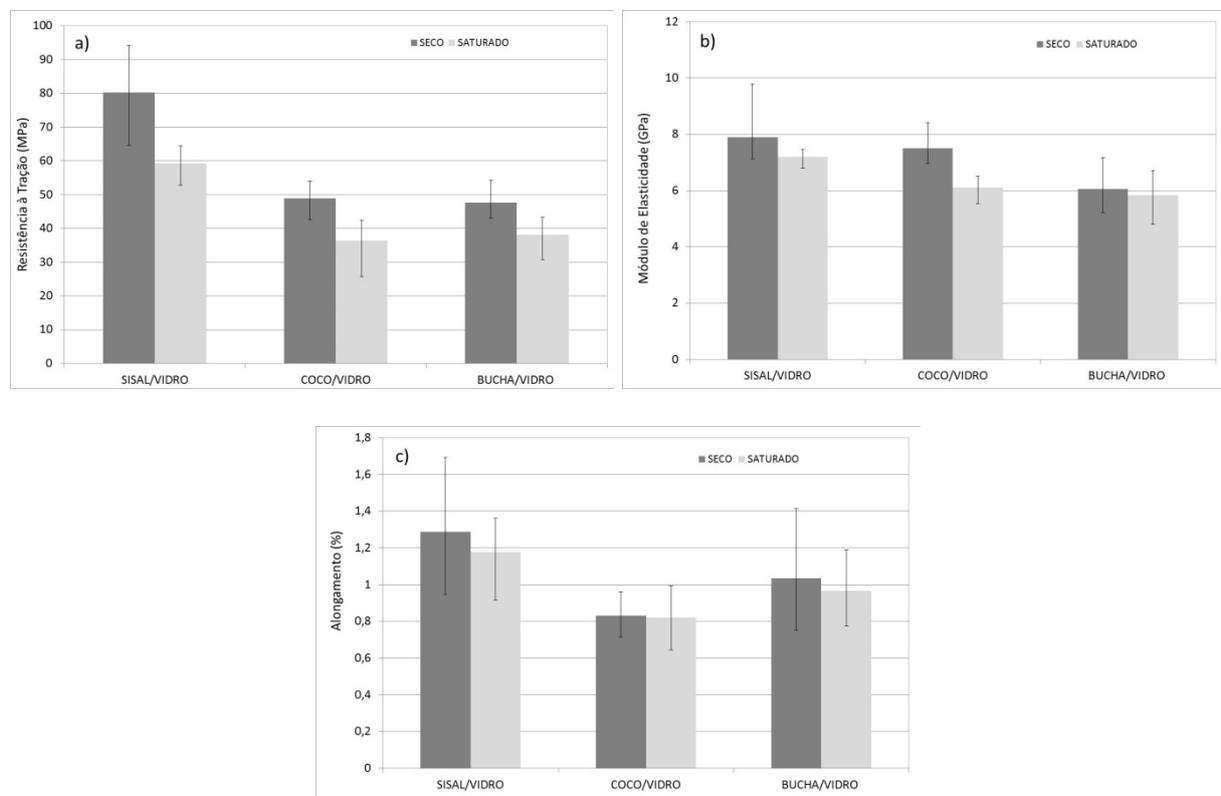


**Figura 4.** Curvas Tensão x Deformação obtidas no ensaio de tração. a) Seco; b) Saturado.

Gráficos comparativos das propriedades mecânicas em tração, quais sejam, Resistência à tração, Módulo de elasticidade e Alongamento, são apresentados na Figura 5. Em ambas as condições, seco e saturado, o laminado híbrido sisal/vidro foi o que apresentou o melhor desempenho mecânico, seguido dos laminados coco/vidro e bucha/vidro.

Como esperado a absorção d'água causou redução nas propriedades mecânicas. A tabela 3 apresenta os percentuais de redução. A resistência à tração foi a propriedade mais afetada para todos os compósitos, seguida do módulo de elasticidade e do alongamento. Comportamento similar foi observado para outros compósitos [15].

Sabe-se que a água absorvida pelo compósito pode degradar matriz, fibras e interface causando decréscimo nas propriedades mecânicas. Nos compósitos com fibras de vidro a degradação ocorre principalmente na matriz polimérica e na interface, uma vez que a fibra de vidro é relativamente inerte à ação da água. No caso dos compósitos híbridos associando fibras sintéticas e naturais as mais importantes fontes de degradação são as interfaces, fibra sintética/matriz e fibra natural/matriz e a fibra natural. Esta última bastante sensível à ação da água devido a sua característica hidrofílica e natureza orgânica. A água causa o inchamento da fibra tornando-a mais porosa e diminuindo a sua rigidez [16]. O inchamento da fibra pode promover descolamento interfacial, devido à instabilidade dimensional e, conseqüentemente, mais água é absorvida através dos vazios formados na interface. Com longos períodos de exposição, a fibra entra em estado de decomposição com perda progressiva da resistência mecânica [16].



**Figura 5.** Gráfico comparativo das propriedades mecânicas em tração. a) Resistência à Tração; b) Módulo de Elasticidade; c) Alongamento.

**Tabela 3.** Percentuais de redução nas propriedades mecânicas em tração após a saturação

Compósito	Resistência a Tração	Módulo de Elasticidade	Alongamento
Sisal/vidro	26,1%	8,9%	8,4%
Coco/vidro	25,4%	18,6%	1,2%
Bucha/vidro	20,0%	3,7%	6,4%

O maior decréscimo na resistência à tração comparada ao módulo elástico, como visto na Figura 5 e Tabela 3, deve-se ao fato de que o módulo elástico é menos sensível a adesão interfacial e conseqüentemente aos efeitos da absorção d'água. A razão para tal é que o módulo de elasticidade é medido na região elástica, em geral com níveis de carga que não ultrapassam 50 % da carga máxima, de modo a evitar qualquer influência do dano na medida, seja dano na matriz ou, principalmente, na interface. Assim, o efeito do dano causado pela absorção d'água na interface não será transmitido na sua totalidade ao módulo de elasticidade.

Interessante notar que o laminado híbrido bucha/vidro foi o que apresentou o menor percentual de redução de propriedades, apesar de ter o maior nível de absorção d'água (ver Figura 3).

#### 4 CONCLUSÃO

- Os compósitos laminados híbridos com fibras naturais apresentaram um maior percentual de absorção d'água em relação ao compósito unicamente com fibra de vidro.
- O laminado híbrido bucha/vidro foi o que apresentou maior percentual de absorção d'água seguido dos híbridos coco/vidro e sisal/vidro.
- Em ambas as condições, seco e saturado, o laminado híbrido sisal/vidro foi o que apresentou o melhor desempenho mecânico, seguido dos laminados coco/vidro e bucha/vidro.
- A absorção de água causou deterioração das propriedades mecânicas dos laminados híbridos. A resistência à tração foi a propriedade mais afetada.
- O laminado híbrido bucha/vidro foi o que apresentou o menor percentual de redução de propriedades após a saturação, apesar de ter o maior nível de absorção d'água.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e a FAPES, pelas bolsas de Iniciação Científica concedidas, e ao Ifes pelo apoio à pesquisa.

#### REFERÊNCIAS

- 1 Yihui P.; Zheng Z. The effect of hybridization on moisture absorption and mechanical degradation of natural fiber composites: An analytical approach. *Composites Science and Technology*. 2015;110(6): 132-137.
- 2 Hazizan M. A.; Carlo S.; F. S.; J. T.; T. V. Environmental effects on the mechanical behaviour of pultruded jute/glass fibre-reinforced polyester hybrid composites. *Composites Science and Technology*. 2014;94:62-70.

- 3 American Society for Testing and Materials D792-91: Standard test method for Density and Specific Gravity (Relative Density) of plastics by Displacement (1995).
- 4 American Society for Testing and Materials. ASTM D3171: Standard test methods for constituent content of composite materials (2004).
- 5 American Society for Testing and Materials D570-98: Standard Test Method for Water Absorption of Plastics (2000).
- 6 American Society for Testing and Materials D3039-00: Standard test method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials (2000).
- 7 Aquino E.M.F.; Margaria G. Influence of moisture absorption on the mechanical properties of polyester/fibre glass-E composites. In: Proceedings of Second international congress on metallurgical and materials technology, São Paulo, Brazil, 1997.
- 8 Liao K. et al. Effects of environmental aging on the properties of pultruded GFRP. Composites Part A. 1999;30:485-493.
- 9 Espert A.; Vilaplana F.; Karlsson S. Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties. Composites Part A. 2004;35(11):1267-1276.
- 10 Aquino, E. M. F.; Oliveira, Walnê ; Silva, R. V.; Rodrigues, L. P. S. Moisture Effect on Degradation of Jute/Glass Hybrid Composites. Journal of Reinforced Plastics and Composites. 2007;26:219-232, 2007.
- 11 Rong M.Z. et al. The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. Composites Science and Technology. 2001;61(10):1437-1447.
- 12 Bledzki, A.K.; Gassan, J. Composites reinforced with cellulose based fibres. Progress in Polymer Science. 1999;24(2):221-274.
- 13 Bisanda, E.T.N. The Effect of alkali treatment on the adhesion characteristics of sisal fibres. Applied Composite Materials. 2000;7:331-339.
- 14 Tanobe, V. O. A. et al. A comprehensive characterization of chemically treated Brazilian sponge-gourds (*Luffa cylindrica*). Polymer Testing. 2015; 24(2):474-482.
- 15 Scida D. et al. The effect of ageing on the damage events en woven-fibre composite materials under different loading conditions. Composite Science and Tecnology. 2002;62:551-557.
- 16 Thwe M.M. et al. Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo-glass fibre reinforced polymer matrix hybrid composites. Composites Part A. 2002;33:43-52.