



EFEITO DO TRATAMENTO ALCALINO DA FIBRA DE PIAÇAVA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS COM MATRIZ POLIÉSTER¹

Denise Cristina de Oliveira Nascimento²

Sergio Neves Monteiro³

Ailton da Silva Ferreira³

Resumo

Neste trabalho foi investigada a resistência ao impacto de compósitos modificando-se quimicamente a superfície da fibra reforçadora de piaçava, a fim de se obter uma melhor interface da matriz polimérica, através de ensaios de impacto. Ensaios de impacto Charpy foram realizados em corpos de prova padrão, seguindo especificações de normas ASTM, obtidos por prensagem à temperatura ambiente, após 24 horas de cura da matriz de poliéster. A superfície de fratura foi analisada por microscopia eletrônica de varredura, de compósitos com matriz de poliéster reforçadas em até 40% em volume de fibras contínuas e alinhadas de piaçava. Os resultados mostraram que a mercerização, ou seja, um tratamento de alcalinização com NaOH destas fibras diminui o nível de resistência do compósito, pois o tratamento degrada a superfície da fibra para qualquer percentual da solução de NaOH e tempo de imersão aumentando a tendência ao aumento a fratura quando eleva-se os percentuais de fibra e solução. Estes resultados podem ser interpretados com base no duplo papel das fibras na fratura, tanto contribuindo com ruptura interfacial, quanto por ruptura dos seus próprios filamentos.

Palavras-chave: Fibra tratada de piaçava; Compósito de matriz poliéster; Teste de impacto; Charpy.

EFFECT OF ALKALI TREATMENT OF PIASSAVA FIBER ON MECHANICAL PROPERTIES OF POLYESTER MATRIX COMPOSITES

Abstract

This work investigated the impact resistance of composites reinforced with surface chemically modified piassava fibers, in order to improve the interface with the polymeric matrix. Charpy impact tests were conducted in standard specimens following the specification given by the ASTM norm, fabricated by room temperature press-molding and a 24 hour cure of the matrix. The fracture surface was analyzed by scanning electron microscopy for composites reinforced with up to 40% in weight of continuous and aligned piassava fibers. The results showed that the surface alkali treatment with NaOH, known as mercerization, decreases the impact resistance of the composite. This is attributed to the degradation of the fiber surface for any percentage of NaOH solution and immersion time. The surface degradation increases the tendency of a premature fracture with increasing the percentage of piassava fiber. These results may be interpreted as two different roles played by the treated piassava fiber during the impact fracture. From one side, by contributing to the interfaced rupture. From another side, the rupture of the piassava fibers weakened by the mercerization treatment.

Keywords: Fiber treated piassava; Polyester matrix composite; Impact test; Charpy.

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

² DSc, Pesquisador – 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. dcristina@uenf.br.

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

⁴ DSc, Pesquisador, LAMAV – CCT/UENF



1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento científico e tecnológico nestes últimos anos tem procurado conciliar o interesse por inovações que contribuam para o progresso de nossa sociedade com a necessidade de preservação ambiental. Na verdade, a aceleração nos processos de poluição e de aquecimento global⁽¹⁾ esta obrigando cada vez mais que sejam direcionados esforços de desenvolvimento da humanidade no sentido de reverter esses processos de comprometimento ambiental. Caso contrário, os riscos que se corre com a degradação do meio ambiente e com as mudanças climáticas acabarão sobrepondo-se às vantagens trazidas pelos novos avanços tecnológicos. Dentre as medidas que já estão sendo postas em prática para beneficiar o meio ambiente, destacam-se: a redução no consumo energético, a valorização de sistemas não poluentes, o controle da emissão de CO₂, e a prioridade aos materiais naturais. Em particular, a substituição de materiais sintéticos por similares naturais contribui também para as outras medidas de proteção ambiental. Um exemplo relevante é a utilização de fibras naturais extraídas de vegetais ricos em celulose, tecnicamente denominadas fibras lignocelulósicas, em substituição à fibra de vidro como reforço de compósitos poliméricos.⁽²⁾

Há mais de uma década vem sendo expandido o uso de fibras lignocelulósicas em diversos setores industriais, especialmente o automobilístico,⁽³⁻⁵⁾ em substituição às fibras sintéticas, sobretudo a fibra de vidro. Paralelamente, cresceram de forma marcante as pesquisas sobre as propriedades e características estruturais das fibras lignocelulósicas, bem como dos compósitos poliméricos por elas reforçados.⁽⁶⁻¹⁰⁾ Embora a maioria destas pesquisas tenha se concentrado em fibras tradicionalmente cultivadas como a juta, sisal, algodão, coco, cânhamo e linho,⁽¹⁻⁵⁾ outras fibras menos conhecidas como a de curauá, bucha e piaçava vêm despertando recentemente bastante interesse.⁽¹⁰⁾

Cabe destacar, que no caso da piaçava, o uso do rejeito das fábricas de vassouras que usam essas fibras já seria atrativo, pois as fibras do rejeito são longas⁽⁹⁾ – o que implica em fabricar compósitos onde todo o potencial de resistência mecânica das fibras pode ser usado – e o rejeito da indústria de piaçava pode chegar a 20% da produção anual total – o que em termos financeiros implica em uma perda de cerca de US\$ 4 milhões.

A fibra de piaçava, extraída da palmeira *Attalea funifera*, nativa e predominantemente encontrada no estado da Bahia, é uma das lignocelulósicas mais duras e rígidas que se conhece.⁽¹²⁾ Esta fibra de piaçava baiana tem sido nesta última década objeto de diversas publicações sobre suas características e propriedades, tanto individualmente quanto como reforço de compósitos poliméricos.⁽¹²⁻²⁰⁾ Apesar de não ter grande resistência mecânica, a despeito das elevadas dureza e rigidez, já que sua máxima resistência à tração varia de 108 MPa a 148 MPa, a fibra de piaçava efetivamente reforça em flexão compósitos de matriz poliéster com até 50% em volume.⁽¹¹⁾

A principal desvantagem do emprego de fibras lignocelulósicas em compósitos de matriz polimérica está associada ao desenvolvimento de uma interface fraca, entre as fibras e a matriz. Essa característica é devida ao fato das fibras serem hidrofílicas, enquanto os polímeros normalmente usados como matrizes são hidrofóbicos. Melhores interfaces podem ser obtidas por tratamentos superficiais nas fibras,^(8,11) porém o tipo

de tratamento usado deve ser analisado para cada par matriz – fibra sendo empregado. Deste modo, esse trabalho tem por objetivo avaliar o efeito de tratamentos superficiais em fibras de piaçava sobre a resistência ao impacto de compósitos piaçava/poliéster.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Fibras de piaçava do tipo *Attalea funifera* Mart, de ocorrência nativa no sul do estado da Bahia, foram obtidas como rejeito industrial de uma fábrica de vassouras localizada na cidade de Campos dos Goytacazes, Norte Fluminense. Estas fibras encontravam-se em estado natural com quantidade relativamente alta de umidade.^(2-4,7-9,12)

Embora consideradas como sobras industriais, as fibras escolhidas para este trabalho não apresentavam danos e, já em outra publicação^(2-4,7-10) foram consideradas suficientemente compridas para serem utilizadas como reforço contínuo de corpos de prova compósitos com 122 mm de comprimento. De fato, a distribuição estatística do comprimento e do diâmetro para o lote de fibras de piaçava do presente trabalho (Figura 1), apresenta um comprimento médio de 450,25 mm e um diâmetro médio de 0,92 mm.

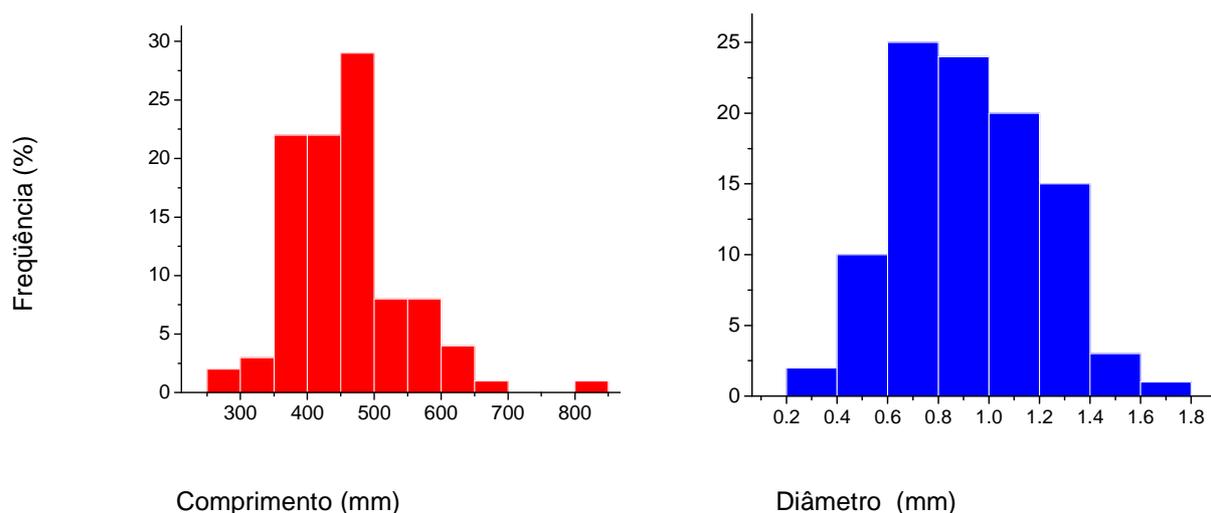


Figura 1 - Distribuição estatística do comprimento (a) e diâmetro (b) das fibras de piaçava.

Após um processo de limpeza e secagem em estufa a 60°C, as fibras foram imersas em um tratamento químico. As mechas foram submetidas à mercerização em soluções aquosas de 0,1 e 10% de NaOH durante tempos de 1 minuto, 1 hora e sem tratamento. Na Figura 2, é demonstrada 1 mecha de piaçava com tratamento de 1 hora.



Figura 2: Mecha de fibra de Piaçava com tratamento de 0,1% de NaOH a 1 minuto.

Após esse processo de limpeza e secagem, as fibras foram individualmente separadas e colocadas de forma contínua em toda a extensão de 125 mm de um molde retangular de aço com dimensões de 152 x 125 mm. Resina poliéster insaturada ortoftálica, rígida e de alta viscosidade, não sendo solúvel em água foi endurecida com 0,5% de catalisador à base de metil-etil cetona, foi adicionada ao molde juntamente com as fibras de piaçava em frações de 0, 10%, 20% e 40%.

Os compósitos fabricados foram deixados curar por 24 horas à temperatura ambiente de aproximadamente 25°C. As placas correspondentes a cada fração de fibra de piaçava foram cortadas segundo a direção de alinhamento das fibras em barras medindo 125 x 12,7 x 10 mm para confecção de corpos de prova padrão Charpy, de acordo com a norma ASTM D-256. O entalhe de 2,54 mm de profundidade com ângulo de 45° e raio de curvatura de 0,25 mm na ponta, foi fresado com ferramenta de aço rápido para maior precisão, conforme esquematicamente apresentado na Figura 3.

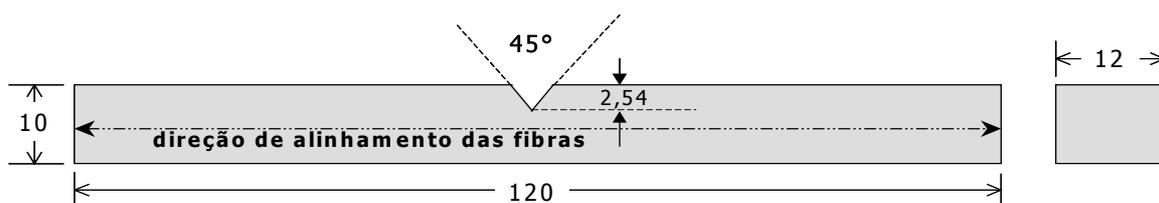


Figura 3: Esquema do corpo de prova utilizado para ensaio de impacto Charpy (dimensões em mm).

Ensaio Charpy foram conduzidos em um pêndulo EMIC, conforme descrito em outra publicação.⁽¹⁷⁾ A energia de impacto, característica da tenacidade do material, foi obtida como média estatística de 10 corpos de prova para cada fração de fibra de piaçava, utilizando-se sempre o mesmo martelo de 2,7 J.

Embora a maioria dos corpos de prova não fosse totalmente rompida, isto é, separada em duas partes, amostras da superfície fraturada existente foram cortadas para análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Estas amostras da região de fratura foram montadas em suporte próprio, metalizadas com ouro, para boa

condução elétrica, e observadas em um microscópio Jeol, modelo JSM-460 LV do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, PEMM/COPPE/UFRJ, utilizando elétrons secundários acelerados a 15 kV.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 4 apresenta a variação da energia de impacto dos compósitos com a fração volumétrica de fibras tratadas de piaçava. Nesta figura, nota-se que os valores de energia oscilam com a fração de fibra de piaçava tratada em comparação aos diferentes tratamentos. Essa oscilação é mais evidente para os compósitos com maior percentual de tratamento.

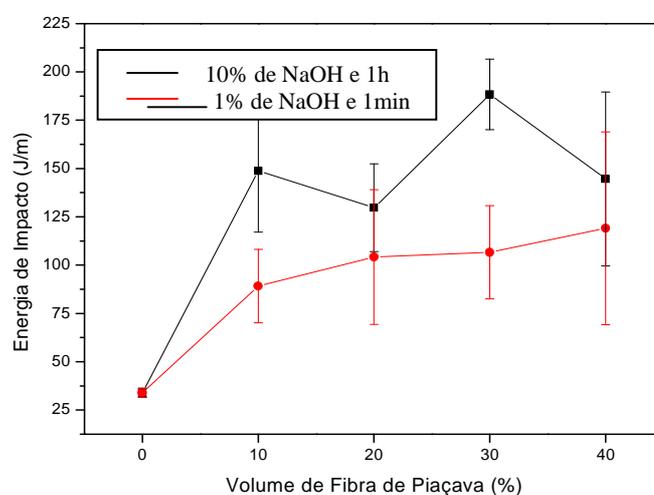


Figura 4: Variação da energia de impacto Charpy com a fração em peso do reforço de fibras de piaçava com tratamento NaOH.

Analisando-se as características macroestruturais da ruptura dos corpos de prova estão apresentadas na Figura 5. A figura mostra os corpos de prova rompidos após o ensaio de Charpy. Os corpos de prova até 20% foram rompidos, porém com 30% de incorporação de fibras tratadas os corpos de prova não se romperam totalmente.

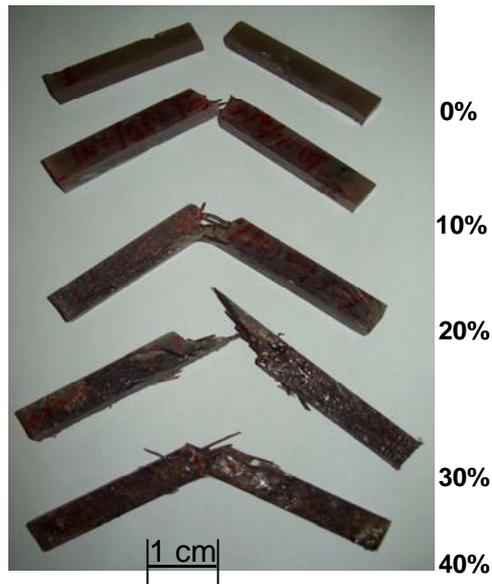


Figura 5: Corpos de prova típicos de compósitos de matriz poliéster com diferentes frações de fibra de piaçava, rompidos por impacto Charpy com tratamento de NaOH.

Melhor compreensão dos mecanismos relacionados à tenacidade dos compósitos reforçados com fibras contínuas e alinhadas de piaçava pode ser obtida pela análise por MEV da fratura por impacto. A análise da microestrutura por MEV na região evidencia um aspecto de fratura de um corpo de poliéster pura. Na fractografia 6 (a) pode ser analisada a superfície lisa característica de fraturas frágeis. Na fractografia 6 (b) revela marcas lineares associada à propagação da única trinca e ao processamento.

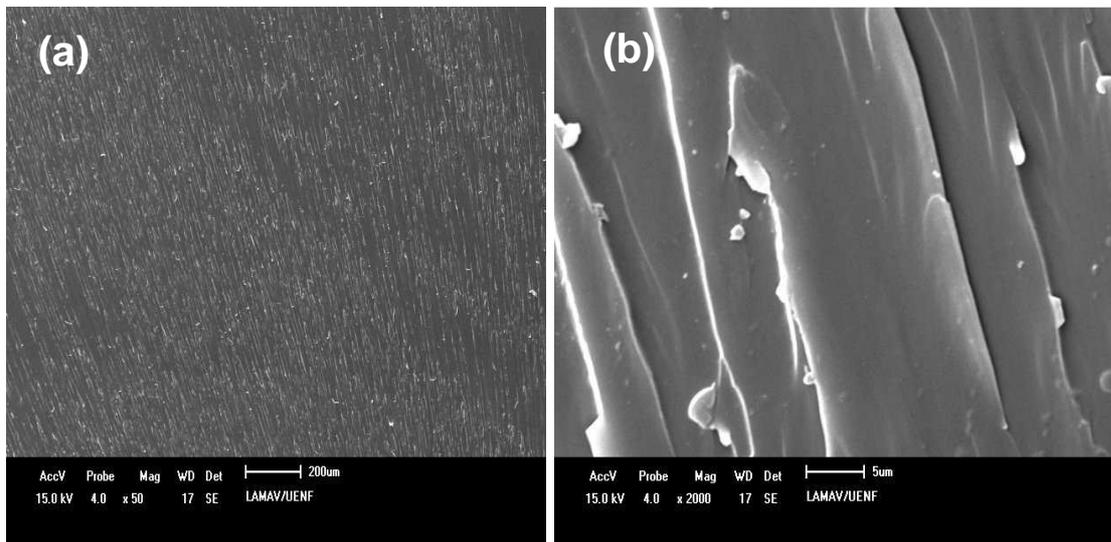


Figura 6: Fratura por impacto do corpo de prova de resina poliéster pura. (a) visão da superfície com aumento de 50x; (b) visão com aumento de 2.000x.

A Figura 7 apresenta por MEV detalhes da superfície rompida por impacto Charpy de um corpo de prova com 30% em peso de fibras de piaçava reforçando matriz poliéster.

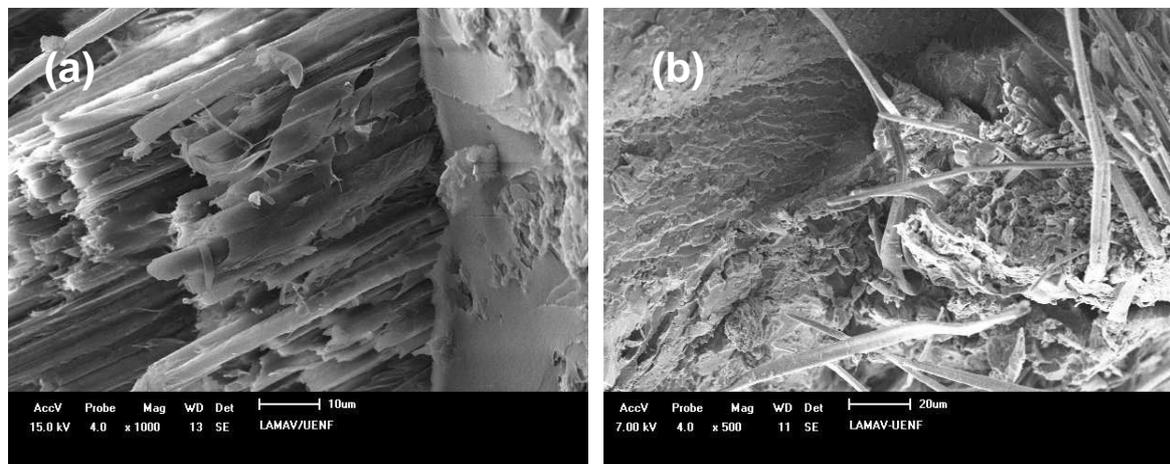


Figura 7: Fratura por impacto do corpo de prova do compósito de piaçava com mercerização de 10% de NaOH a 1 hora, com resina poliéster com 30% em peso de fibra de piaçava (a) 1.000x (b)500 .

É importante notar que a Figura 7 (a), que a degradação da fibra propaga-se a partir da fratura, longitudinalmente, seguindo a interface fibra/matriz, mostra evidências de descolamento interfacial. Já na figura com menor aumento pode se mostrado A consequência do reforço das fibras mercerizadas com o maior esgarçamento e espaçamento das mesmas na matriz. A fibra separa-se em fibrilas pela sua degradação usual após o tratamento com maior teor de NaOH, ou seja 10% NaOH a 1 hora.

4 CONCLUSÕES

Os resultados mostraram que o tratamento de alcalinização com NaOH e a introdução diminui o nível de resistência do compósito, pois o tratamento degrada a superfície da fibra para qualquer percentual da solução de NaOH e tempo de imersão tendência o aumento a fratura quando eleva-se os percentuais de fibra e solução.

Em comparação com outro trabalho realizado para este mesmo compósito, porém com fibras de piaçava sem tratamento, onde a resistência ao impacto aumentou gradativamente conforme o aumento da incorporação de fibras observa-se, contudo que a oscilação na resistência observada neste o trabalho pode ser interpretada com base no duplo papel das fibras na fratura, tanto contribuindo com ruptura interfacial, quanto por ruptura dos seus próprios filamentos.

Observa-se que a fibra tratada com forte ou menor tratamento de mercerização, traz um aumento não tanto expressivo no aumento da tenacidade como nos ensaios de Charpy não tratada, isso pode ser explicado pela degradação da fibra. A grande dispersão pode ser explicada tanto pelo tratamento alcalino quanto pelas características das fibras lignocelulósicas.

No ensaio de Charpy com compósitos com fibras tratadas, com 10% de NaOH a 1 hora obtiveram uma maior resistência com a incorporação de 30% de fibra. Já com o

tratamento de 1% de NaOH a minuto, foi caracterizado uma diminuição da resistência com a incorporação de 30% de fibras em relação a incorporação de 20% de fibras.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CNPq, CAPES e FENORTE/TECNORTE o suporte a esta investigação na forma de recursos à pesquisa e bolsas.

REFERÊNCIAS

- 1 AGARWAL, B.D.; BROUTMAN, L.J. **Analysis and Performance of Fiber Composites**, Nova York: John Wiley & Sons, 1990.
- 2 AQUINO, R.C.M.P., D'ALMEIDA, J.R.M., MONTEIRO, S.N., **Comportamento Mecânico e Morfologia da Fratura do Compósito Piaçava/Resina Poliéster**, 58^o Congresso Anual da Associação Brasileira de Materiais e Metalurgia, Rio de Janeiro, 2003.
- 3 AQUINO, R. C. M. P., DE DEUS, J. F., MONTEIRO, S. N., D'ALMEIDA, J. R. M. Use of Recycled Natural Fiber Wastes as Reinforcement for Polymeric Composites, **Global Symposium on Recycling Waste Treatment and Clean Technology – REWAS'2004**, vol. 1, p. 475-482, San Sebastian, Espanha, setembro de 2004.
- 4 AQUINO, RCMP. **Desenvolvimento de compósitos de Fibras de Piaçava da espécie Attalea Funifera Mart e Matriz de Resina.**, Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) Rio de Janeiro, UENF, Universidade Estadual do Norte Fluminense, 2003.
- 5 ASHBEE, K.H.G. **Fundamental Principles of Fiber Reinforced Composites**, Lancaster, Inglaterra: Technomic Pub. Co. Inc., 1993.
- 6 CALLISTER, W.D. **Materials Science and Engineering- na Introduction**, Jonh Wiley and Sons, Canadá P445, 2000.
- 7 D'ALMEIDA, J.R.M., MONTEIRO, S.N., "Compósitos Reforçados por Fibras Naturais – Oportunidades e Desafios", In: 58^o **Congresso Anual da ABM**, pp. 1725–1734, Rio de Janeiro, Brasil, 2003.
- 8 MONTEIRO, S.N.; AQUINO, R.C.M.P.; LOPES, F.P.D.; D'ALMEIDA, J.R.M. Tenacidade ao entalhe por impacto Charpy de compósitos de poliéster reforçados com fibras de piaçava. **Rev. Mater.** v. 11(3), p. 204-210, 2006.
- 9 DE DEUS, J.F., MONTEIRO, S.N., D'ALMEIDA, J.R.M., "Effect of Drying, Molding Pressure, and Strain Rate on the Flexural Mechanical Behavior of Piassava (*Attalea funifera* Mart) Fiber-Polyester Composites", **Polymer Testing**, v. 24, pp. 750-755, 2005.
- 10 MONTEIRO, S.N.; AQUINO, R.C.M.P.; LOPES, F.P.D.; D'ALMEIDA, J.R.M. Tenacidade ao entalhe por impacto Charpy de compósitos de poliéster reforçados com fibras de piaçava. **Rev. Mater.** v. 11(3), p. 204-210, 2006.
- 11 ELZUBAIR, A.; BONELLI, C.M.C.; SUAREZ, J.C.M.; MANO, E.B.. **Morphological, structural, thermal and mechanical characterization of piassava fibers.** **Journal of Natural Fibers.** V. 4(2), p. 13-31, 2007.
- 12 AQUINO, R.C.M.P.; D'ALMEIDA, J.R.M.; MONTEIRO, S.N. **Flexural mechanical properties of piassava fibers (*Attalea funifera*) - resin matrix composites.** **J. Mater. Sci. Letters**, v. 20, p. 1017-1019, 2001.
- 13 MONTEIRO, S.N.; AQUINO, R.C.M.P.; D'ALMEIDA, J.R.M. **Propriedades de compósitos de piaçava com matriz polimérica.** **M & M - Metalurgia e Materiais**, v. 58(527), p. 97-101, 2002.
- 14 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(21), p. 1495-1497, 2003.

- 15 AQUINO, R.C.M.P.; D'ALMEIDA, J.R.M.; MONTEIRO, S.N. Mechanical properties and microstructure of piassava fiber composites with polyester matrix. In: **Global Symposium on recycling, waste treatment and clean technology - REWAS'2004**. Madrid, Espanha. p. 125-131.
- 16 DEUS, J.F.; MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. Effect of drying, molding pressure, and strain rate on the flexural mechanical behavior of piassava (*Attalea funifera Mart*) fiber-polyester composites. **Polymer Testing**, v. 24(6), p. 750-755, 2005.
- 17 BONELLI, C. M. C.; ELZUBAIR, A.; MIGUEZ SUAREZ, J. C.; MANO, E. B. **Comportamento térmico, mecânico e morfológico de compósitos de polietileno de alta densidade reciclado com fibra de piaçava**. **Polímeros - Ciência e Tecnologia**, v. 15(4), p. 256-260, 2005.
- 18 ELZUBAIR, A.; BONELLI, C. M. C.; MIGUEZ SUAREZ, J. C.; MANO, E. B. SEM study of chemically treated piassava fibre surface. **Brazilian Journal of Morphological Sciences**, Supplement, p. 396-397, 2005.
- 19 D'ALMEIDA, J.R.M.; AQUINO, R.C.M.P.; MONTEIRO, S.N. Tensile mechanical properties, morphological aspects and chemical characterization of piassava (*Attalea funifera*) fibers. **Composites. Part A, Applied Science and Manufacturing**, v. 37(9), p.1473-1479, 2006.
- 20 MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. Ensaio de pullout em fibras lignocelulósicas - Uma metodologia de análise. **Rev. Mater.** v. 11(3), p. 189-196, 2006.