

EFEITO DO TRATAMENTO DAS FIBRAS DE CURAUÁ NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS COM MATRIZ POLIÉSTER ¹

Felipe Perissé Duarte Lopes²
Luiz Fernando Lopes dos Santos²
Sergio Neves Monteiro³

Resumo

Trabalhos recentes mostram que, mesmo sem tratamento superficial, fibras de curauá, como reforço contínuo e alinhado de compósitos poliméricos, acarretam propriedades mecânicas superiores à de outros compósitos reforçados com outras fibras naturais. Assim, no presente trabalho foi avaliado o efeito que um tratamento de alcalinização, conhecido como mecerização, provoca sobre o desempenho mecânico e as características de fratura de compósitos com matriz poliéster reforçada com fibras de curauá previamente mecerizadas em diferentes soluções de NaOH por diversos tempos de imersão. Placas de compósitos com diferentes percentuais, até 30% em peso, de fibras longas e alinhadas de curauá foram moldadas sob pressão em mistura com resina poliéster ortoftálica e então deixadas curar ao ar por 24 horas. Corpos de prova retangulares foram cortados das placas e ensaiados em flexão de três pontos, sendo suas superfícies de fratura analisadas por microscopia eletrônica de varredura, MEV. Os resultados mostraram um decréscimo da resistência dos compósitos, embora não expressivo, com a mecerização das fibras. A análise da fratura revelou que a mecerização tende a causar certa degradação da fibra de curauá, comprometendo assim o desempenho mecânico do compósito.

Palavras-chave: Fibra de curauá; Compósito; Matriz poliéster; Tratamento de alcalinização; Mercerização; Propriedades mecânicas.

EFFECT OF THE TREATMENT OF CURAUA FIBERS ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF POLYESTER MATRIX COMPOSITES

Abstract

Recent works have shown that, even without surface treatment, curaua fibers acting as continuous and aligned reinforcement in polymeric composites result in superior mechanical properties than other natural fiber reinforced composites. Thus, the present work evaluated the effect that an alkaline treatment, known as mercerization, causes on the mechanical performance and the fracture characteristics, of polyester matrix composites reinforced with previously treated curaua fibers. Several NaOH solutions and times of mercerization were used to treat the curaua fibers. Composite plates with different weight percentages, up to 30 wt.%, of long and aligned curaua fibers were press molded in mixture with an orthophthalic polyester resin and then air cured for 24 hours. Rectangular specimens were cut out of the plates and 3 point bend tested. The specimens' fracture surfaces were analyzed by scanning electron microscopy, SEM. The results showed a decrease in the composite mechanical strength, although not much significant, caused by the fiber treatment. The SEM fracture analysis revealed that the mercerization tends to cause a certain degradation of the curaua fiber, which limits the mechanical performance of the composite.

Key words: Curaua fiber; Composites; Polyester matrix; Alkaline treatment; Mercerization; Mechanical properties.

¹ Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

² Estudante de Graduação, LAMAV – CCT/UENF

³ PhD, Professor Titular, 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@ig.com.br.

INTRODUÇÃO

Nos últimos anos o consumo de compósitos reforçados com fibras naturais tem crescido exponencialmente, não somente pelo interesse ambiental como também por questões técnicas e econômicas.^[1] Sob o ponto de vista ambiental, o fato de as fibras naturais serem materiais renováveis e biodegradáveis confere ao compósito reforçado com este tipo de fibra vantagens comparativamente ao reforço com fibras sintéticas. Em relação a questões técnicas, as fibras naturais possuem baixa densidade e relativamente alta rigidez.^[2] Como reforço de compósitos, vale comentar que a fabricação é comparativamente fácil, utilizando equipamentos simples.^[3] A Figura 1 ilustra, como exemplo, os muitos componentes automobilísticos confeccionados com compósitos reforçados com fibras naturais.^[4]



Figura 1 – Exemplo de componentes para automóveis produzidos com compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais.

Sob o ponto de vista econômico, a grande vantagem dos compósitos reforçados com fibras naturais é o custo relativamente baixo. Isto é especialmente marcante no caso de fibras residuais nas quais o valor de mercado é o mais baixo possível.^[5]

Apesar das vantagens mencionadas, as fibras naturais em geral possuem uma dificuldade para o uso como reforço em compósitos poliméricos. Esta dificuldade está relacionada à região mais importante do compósito no que se refere à transferência de esforços mecânicos, que é a interface fibra/matriz. As fibras vegetais lignocelulósicas comumente utilizadas como juta, sisal, cânhamo, linho e até madeira são hidrofóbicas, isto é, naturalmente adsorvem água na superfície. Por outro lado, as matrizes poliméricas como polietileno, polipropileno, epóxi e poliéster são hidrofóbicas, isto é, não formam ligações polares com a água. Em consequência, a interface fibra natural/matriz polimérica tende a ser fraca.^[1,3,6-8] Interfaces fracas resultam em uma transferência não efetiva de esforços mecânicos, aplicados sobre a matriz, para as fibras, ocasionando propriedades mecânicas inferiores ao esperado para o compósito.

Modificando-se quimicamente a superfície da fibra natural, pode-se obter uma melhor interface com a matriz polimérica e assim implementar as propriedades

mecânicas do compósito.^[1-3] Uma das mais simples modificações químicas é realizada a partir de soluções de alcalinas, aplicadas à superfície da fibra. Este tratamento com NaOH, conhecido como alcalinização ou mercerização, vem sendo extensivamente utilizado pela sua eficiência e baixo custo.^[3] O mecanismo de alteração superficial que facilita o acoplamento com a matriz polimérica já é bem conhecido.^[10] Embora seja eficiente como tratamento, a alcalinização também pode causar degradação da fibra e comprometer as propriedades do compósito, como foi verificado no caso de reforço de fibras de piaçava tratadas por mercerização.^[11]

Apesar de inúmeros trabalhos terem sido dedicados ao estudo do comportamento de compósitos reforçados com diversas fibras naturais quimicamente tratadas,^[3,6-9] não é do conhecimento dos autores do presente trabalho qualquer estudo que utilize fibras tratadas de curauá (*Ananas erectifolius*). Trabalhos recentes mostram que, mesmo sem tratamento superficial, fibras de curauá usadas como reforço contínuo e alinhado de compósitos poliméricos acarretam propriedades mecânicas superiores a compósitos similares com outras fibras.^[12,13]

Com base nestas considerações, o objetivo do presente trabalho foi avaliar o efeito que a alcalinização provoca sobre o desempenho mecânico e a característica de fratura de compósitos com matriz poliéster reforçada com fibras de curauá, previamente mercerizadas com diferentes soluções de NaOH por diversos tempos de imersão.

MATERIAIS E MÉTODOS

Fibras de curauá adquiridas, na forma de uma grande mecha, da firma Itauá Agroindustrial foram limpas e secas à temperatura ambiente. A grande mecha foi separada em diversas mechas menores para serem submetidas a tratamentos de alcalinização com NaOH. Os tratamentos corresponderam à colocação, separadamente, das mechas em soluções aquosas com 0,1 e 10% de NaOH por períodos de 1 min e 1 hora. Cada tratamento foi seguido por pleno enxágüe até que a água ficasse neutra, ou seja, até não serem detectados sinais de alcalinidade com papel de tornassol. As mechas foram então colocadas em estufa a 60°C por 6 horas, tempo necessário para sua completa secagem. Por fim, as fibras já mercerizadas, neutralizadas e secas foram colocadas em um dessecador sob vácuo, aguardando a próxima etapa de fabricação dos compósitos. A Figura 2 ilustra o aspecto de uma das mechas sem tratamento (a) comparativamente com outra mercerizada.

A resina poliéster usada como matriz dos compósitos foi do tipo ortoftálica comercial à qual foram acrescentados 0,5% de catalisador à base de metil-etil-cetona como indicado pelo fabricante. Para cada condição de mercerização para uma dada mecha, fibras individuais foram separadas e colocadas em molde de aço de 152 x 122 mm, paralelamente a toda a largura de 122 mm. Compósitos com 0, 10, 20 e 30 % em peso de fibras de curauá foram então confeccionados vertendo-se a resina, acrescida do catalisador, ainda em estado líquido. Durante a cura à temperatura ambiente, aplicou-se uma carga sobre a tampa do molde para facilitar a impregnação da resina pó entre as fibras. Após 24 horas de cura, cada placa com aproximadamente 10 mm de espessura, tendo sido retirada do molde, foi cortada ao longo da direção de alinhamento das fibras em seis corpos de prova cada um com dimensões de 122 x 25 x 10 mm.

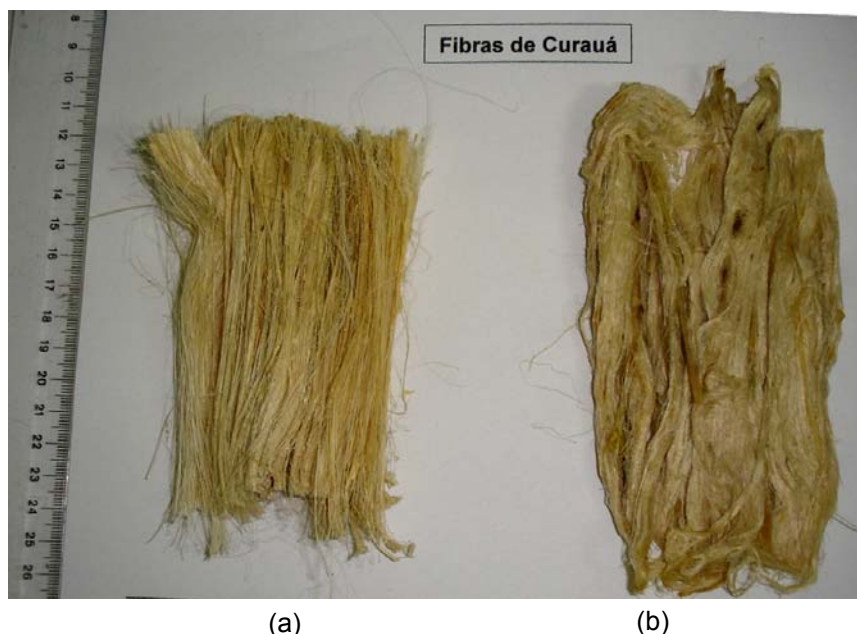


Figura 2 – Mechas de fibras de curauá: (a) sem tratamento, (b) tratadas em solução de 10% NaOH por 1 hora.

Os corpos de prova foram ensaiados por flexão em três pontos, segundo a norma ASTM D-790, utilizando máquina Instron de 100kN de capacidade a uma taxa de deformação de $1,6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. A fratura dos corpos de prova foi analisada por microscopia eletrônica de varredura, MEV, utilizando elétrons secundários e retro-espalhados a 20 kV em microscópio Jeol modelo JSM-6460 LV pertencente ao Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 lista os resultados obtidos dos ensaios de flexão para os compósitos reforçados com fibras sem tratamento e com diferentes tratamentos de mercerização. A Figura 3 apresenta, de forma integrada, todos os resultados referentes à resistência mecânica à flexão dos compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de curauá, com e sem os diferentes tratamentos de mercerização. Alguns aspectos importantes devem ser destacados nesta figura. Para todos os pontos tem-se uma considerável dispersão estatística associada aos desvios padrão dos seis ensaios realizados para cada condição. Esta dispersão de valores é devida à própria característica natural das fibras lignocelulósicas^[1,2] e representa uma desvantagem em comparação com as fibras sintéticas muito uniformes.

Apesar da dispersão nos valores da resistência, é possível estabelecer algumas tendências relevantes nos resultados da Fig. 3. Para qualquer nível de tratamento efetuado, a incorporação de 10% em peso de fibra tratada ocasiona uma redução na resistência em confronto com a matriz de poliéster puro. Paralelamente, é importante notar que a incorporação de 10% de fibra não tratada aumenta a resistência, como obtido anteriormente.^[12] Este resultado indica claramente que a mercerização, em qualquer tempo ou solução de NaOH, degrada a superfície da fibra a tal ponto que 10% de incorporação da mesma não acarreta reforço. Como será visto mais adiante, a micromorfologia da fibra de curauá pode ter um papel nesta degradação.

Tabela 1: Resistência dos compósitos de fibras de curauá tratadas.

Tratamento	Fração em peso de fibra de curauá (%)	Tensão máxima em flexão (MPa)
nenhum	0	72,6 ± 5,8
	10	80,0 ± 20,3
	20	96,6 ± 13,0
	30	94,0 ± 16,5
10%NaOH 1 hora	10	66,4 ± 5,6
	20	68,7 ± 13,5
	30	87,7 ± 10,0
0,1% NaOH 1 hora	10	59,9 ± 6,6
	20	85,6 ± 20,0
	30	81,2 ± 7,5
10%NaOH 1 min	10	53,9 ± 15,9
	20	69,2 ± 13,4
	30	84,2 ± 17,9
0,1% NaOH 1 min	10	55,4 ± 24,7
	20	65,2 ± 4,8
	30	98,2 ± 13,7

Para a incorporação de 30% em peso de fibra, tanto tratadas como não tratadas, ocorre um efetivo reforço traduzido pelo razoável aumento na resistência. Na realidade, devido à dispersão, um valor máximo de 112 MPa poderia ser considerado para o compósito com a fibra submetida ao mais leve tratamento de 0.1% NaOH por 1 min. Este valor é, dentro do erro estatístico, o mesmo para o compósito com 30% de fibras não tratadas. Estes fatos reafirmam a vantagem de se usar a fibra de curauá como reforço, mas questionam a efetividade de se tratar a fibra por alcalinização. É importante enfatizar que, a despeito da dispersão, pelo menos até 20% de fibra incorporada, a ausência de tratamento de mercerização é mais vantajosa para a resistência do compósito.

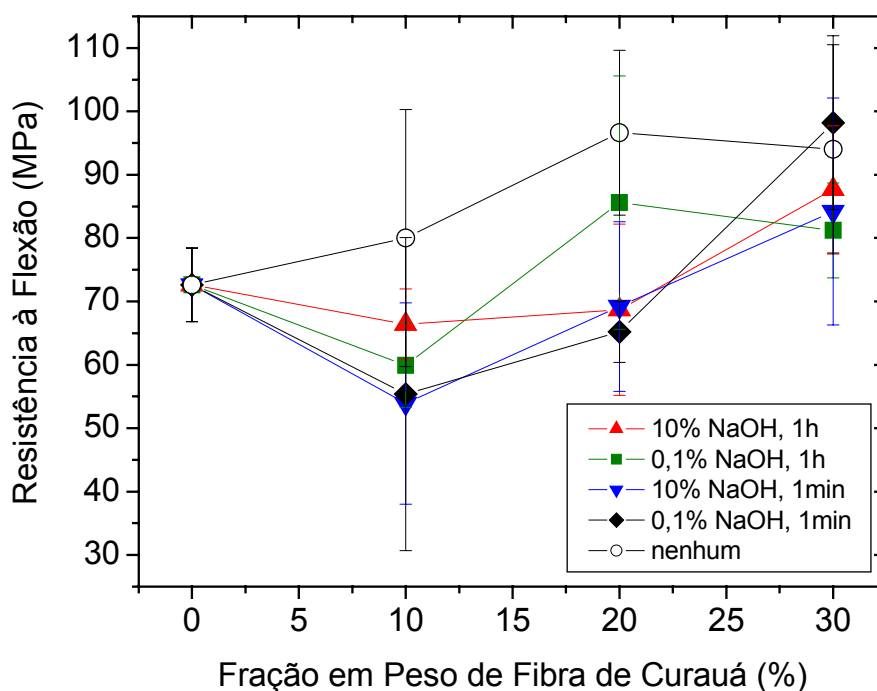


Figura 3: Variação da resistência à flexão dos compósitos com a fração em peso de fibras de curauá para diversas condições de tratamento.

A análise da microestrutura por MEV esclarece algumas questões relativas ao sofrível desempenho mecânico de compósitos de matriz poliéster reforçada com fibras de curauá mercerizadas. A Figura 4 apresenta detalhes da superfície de fratura de um compósito com 0% de fibra, ou seja, pura resina poliéster. Nesta figura, observam-se aspectos característicos da ruptura do poliéster, tais como superfícies planas com marcas que podem ser associadas à propagação de trincas. Vale também mencionar que a resistência à flexão do poliéster, cerca de 73 MPa, indica que se trata de uma resina de boa qualidade e cuja cura foi bem processada.

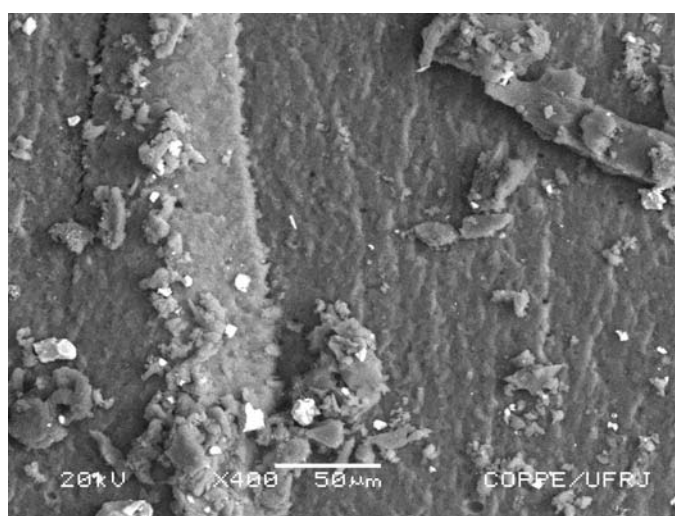


Figura 4 – Micrografia MEV da fratura da resina poliéster pura (compósito com 0%).

A Figura 5 apresenta a superfície de fratura de um compósito reforçado com 10% de fibra de curauá tratada em solução de 0,1% de NaOH por 1 minuto. Este

tratamento, apesar de leve, resultou em um baixo desempenho do compósito, como mostrado na Fig. 3, inferior ao da resina poliéster pura. Ou seja, a fibra de curauá nesta quantidade incorporada não oferece reforço à matriz de poliéster. A provável razão para este fato é a degradação acarretada à fibra pela mercerização em qualquer solução ou tempo. Esta eficiente degradação está associada à separação dos filamentos que compõem cada fibra de curauá. Isto é, o NaOH corrompe a ligação entre os filamentos que estão na superfície, soltando-os individualmente. Este fato pode ser constatado na Figura 5 pelo grande número de finos filamentos espalhados em toda a área observada juntamente com algumas fibras mais grossas embutidas na matriz.

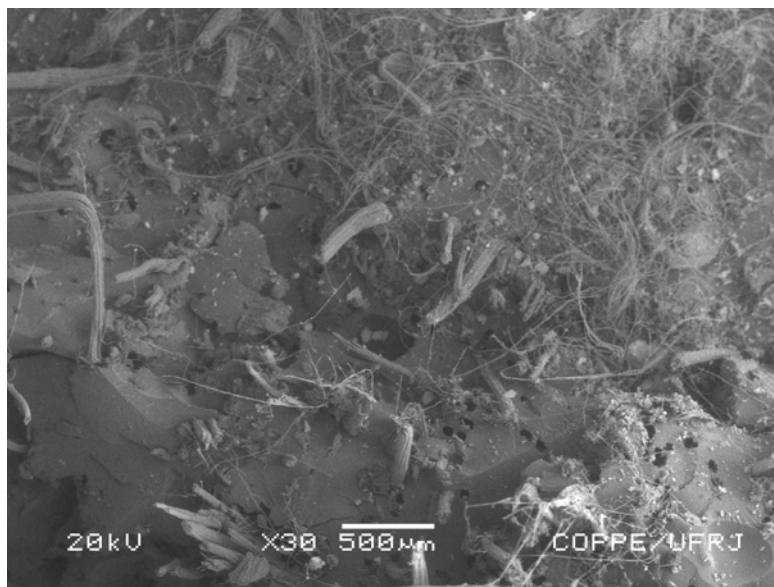


Figura 5 – Micrografia MEV da fratura de compósito com 10% de fibra de curauá tratada em NaOH 0,1% por 1 minuto.

A Figura 6 revela, com maior aumento da fratura do compósito da Fig. 5, evidências que a separação dos filamentos na superfície da fibra interfere no acoplamento da fibra com a matriz, contribuindo para trincas que causam ruptura do compósito.

Com maior quantidade de fibra, 30%, e tratamento mais vigoroso, 10% NaOH por 1 hora, mostrado na micrografia da Figura 7, prevalece a separação da fibra em filamentos. Observam-se também muitos vazios redondos correspondentes aos locais onde fibras foram sacadas da matriz. Apesar destas características deletérias, ainda assim a incorporação de 30% de fibras oferece condições de reforço ao compósito para qualquer tratamento efetuado, Figura 3, embora não seja melhor que as fibras sem tratamento. Uma possível explicação é a elevada resistência da fibra de curauá^[12] que, a despeito da degradação devida à mercerização, ainda reforça a matriz, como mostra a Figura 8.

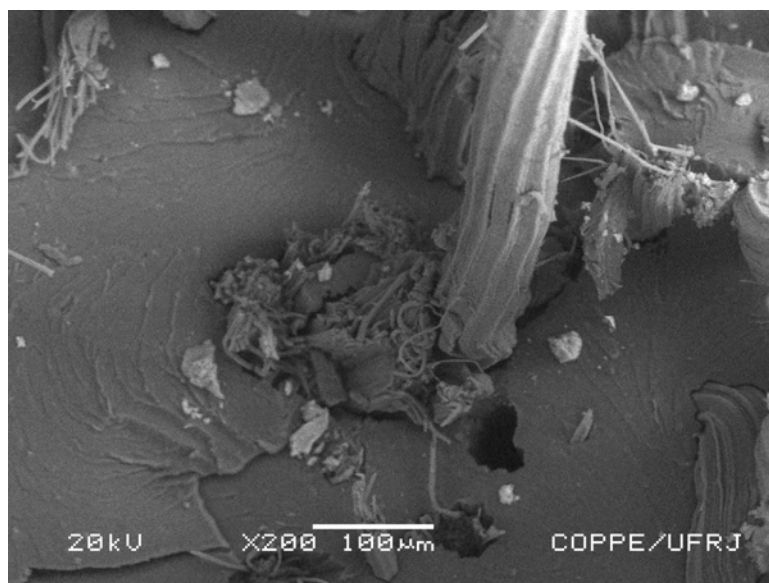


Figura 6 – Detalhe da Fig. 5, mostrando a participação dos filamentos desligados da fibra, devido à mercerização, nas trincas da matriz.

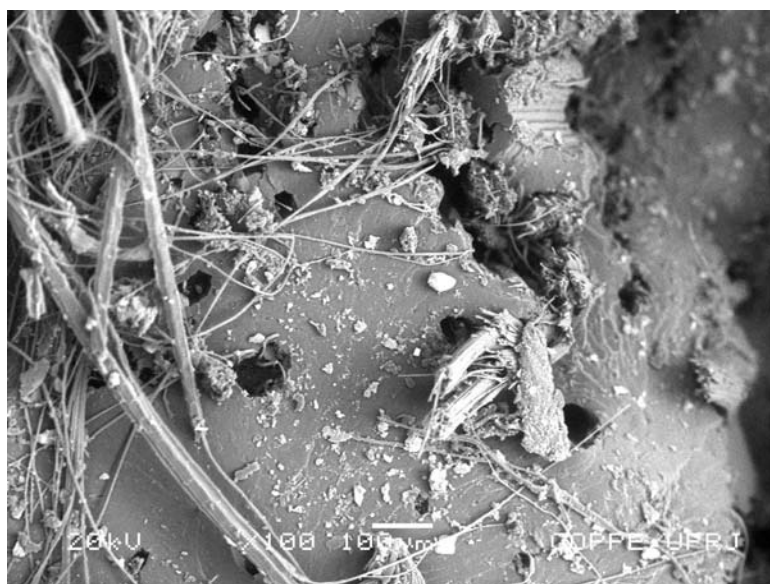


Figura 7 – Micrografia MEV da fratura de compósito com 30% de fibra de curauá tratada em NaOH 10% por 1 hora.

Em suma, a mercerização produz degradação nas fibras de curauá induzindo mecanismos de ruptura que se sobressaem ao efeito do reforço. Entretanto, para quantidades relativamente grande de fibras, superiores a 20% em peso, a elevada resistência de cada fibra, no conjunto, sobrepuja as trincas provocadas pela separação em filamentos. Têm-se assim condições de reforço do compósito.

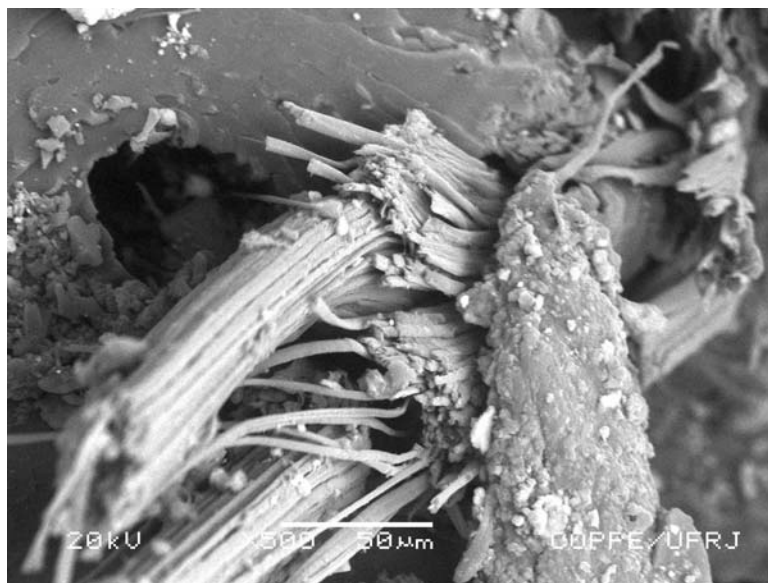


Figura 8 – Detalhe com maior aumento da Fig. 7, mostrando o efeito de reforço da fibra de curauá.

CONCLUSÕES

- O tratamento de mercerização de fibras de curauá, posteriormente incorporadas em matriz de poliéster de compósitos, degrada a superfície da fibra para qualquer solução de NaOH e tempo de imersão estudados.
- Para quantidades de fibra até 20% em peso, a separação da superfície em filamentos induz trincas na interface que diminuem a resistência da matriz de poliéster.
- Quantidades de fibra superiores a 20% em peso compensam as trincas que causam ruptura em virtude da elevada resistência de cada fibra que, no conjunto, oferecem condição de reforço.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERJ, CNPq, Capes e FENORTE/TECNORTE. É também motivo de agradecimento a permissão para uso do MEV do PEMM da COPPE/UFRJ.

REFERÊNCIAS

- 1 D'ALMEIDA, J.R.M.; MONTEIRO, S.N. Compósitos reforçados com fibras naturais – Oportunidades e desafios. In: 58º CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS, julho de 2003, Rio de Janeiro, p. 1725-1734.
- 2 BLEDZKI, A.K.; GASSAN, J., Composites Reinforced with Cellulose-Based Fibres. **Progr. in Polym. Sci.**, v. 24, p. 221-274, 1999.
- 3 KUMAR, A.P.; SINGH, R.P.; SARWADE, B.D. Degradability of Composites, Prepared from Ethylene-Propylene Copolymer and Jute Fiber under Accelerated Aging and Biotic Environments. **Mat. Chemistry and Physics**, v. 92, p. 458-469, 2005.
- 4 <http://www.edmunds.com>, acesso em 08 fev. 2006.

- 5 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; D'ALMEIDA, J.R.M., OLIVEIRA, L.B. Aplicações tecnológicas para compósitos poliméricos de mantas de fibras de coco. In: 60^o CONGRESSO ANUAL DA ABM, 2005, julho de 2005, Belo Horizonte. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005. p. 1540-1548
- 6 SINGH, B.; GUPTA, M.; VERM, A. Influence of the fiber surface treatment on the properties of sisal-polyester composites. **Polym. Compos.**, v. 15, p. 910-918, 1996.
- 7 VALADEZ-GONZALEZ, A.; CERVANTES-UC, J.M.; OLAYO, R.; HERRERA-FRANCO, P.J. Effect of fiber surface treatment on the fiber-matrix bond strength of natural fiber reinforced composites. **Composites: Part B**, v. 30, p.309-320, 1999.
- 8 MOHANTY, A.K.; KHAN, M.A.; HINRICHSEN, G. Influence. of Chemical Surface Modification on the Properties of Biodegradable Jute Fabrics-Polyester Amide Composites. **Composites: Part A**, v.31, p. 143-150, 2000.
- 9 SHAH, A.N.; LAKKAD, S.C. Mechanical Properties of Jute Reinforced Plastics, **Fiber Sci. & Technol.** vol.15, p. 41-46, 1981.
- 10 NEVELL, T.P.; ZERONIAN, S.H. **Cellulose, Chemistry and its Application**, Nova York: Wiley, 1995.
- 11 MONTEIRO, S. N. ; D'ALMEIDA, J.R.M.; DE DEUS, J.F.; TERRONES, L.A.H.; AQUINO, R.C.M.P. Influencia do tratamento das fibras na resistência mecânica de compósitos piaçava/poliéster. In: 60^o CONGRESSO ANUAL DA ABM, julho de 2005, Belo Horizonte. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005. p. 1659-1667.
- 12 MONTEIRO, S.N., DE DEUS, J.F., D'ALMEIDA, J.R.M., "Mechanical and Structural Characterization Of Curaua Fibers", In: CHARACTERIZATION OF MINERALS , METALS & MATERIALS – TMS CONFERENCE, San Antonio, USA, 2006, p. 1-8.
- 13 MONTEIRO, S.N.; AQUINO, R.C.M.P.; LOPES, F.P.D.; CARVALHO, E.A.; D'ALMEIDA, J.R.M. Comportamento mecânico e características estruturais de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas e alinhadas de curauá. **Revista Matéria**, v. 11, n. 3, p. 197-203, 2006.