

ENSAIOS DE PULLOUT DE FIBRAS DE COCO EM MATRIZ EPOXÍDICA ¹

Lucas Lopes da Costa ²
Helvio Pessanha Guimarães Santafé Júnior ³
Sergio Neves Monteiro ⁴
Felipe Perissé Duarte Lopes ⁵

Resumo

Compósitos com matriz polimérica reforçada com fibras lignocelulósicas vêm sendo empregados em diversas atividades de engenharia. Nestes compósitos, além das resistências da matriz e da fibra, a tensão interfacial é de grande importância para o desempenho estrutural. Através do ensaio de arrancamento individual da fibra de um cilindro polimérico, conhecido como ensaio de pullout, é possível avaliar o comprimento crítico e então calcular a tensão interfacial fibra/matriz. Neste trabalho, realizaram-se ensaios de pullout para caracterizar o comprimento crítico e a tensão interfacial de fibras de coco relativamente a uma resina epóxi DGEBA/TETA estequiométrica. Os resultados permitiram construir uma curva de pullout para então determinar o comprimento crítico e calcular a tensão cisalhante interfacial. Observações por microscopia eletrônica de varredura revelaram uma boa aderência da resina epóxi à superfície da fibra de coco.

Palavras-chave: Fibra de coco; Compósito epoxídico; Ensaios de Pullout; Características estruturais.

PULLOUT TESTS OF COIR FIBERS EMBEDDED IN EPOXY MATRIX

Abstract

Polymeric matrix composites reinforced with lignocellulosic fibers are being applied in many engineering activities. In these composites, in addition to the matrix and fiber mechanical resistances, the interfacial strength is of great importance to the structural performance. By means of pullout tests, it is possible to evaluate the critical length and then calculate the interface shear stress. In this work, pullout tests were performed to characterize both the critical length and the interfacial strength of coir fibers embedded in a stoichiometric DGEBA/TETA epoxy resin. The results permitted to construct a pullout curve and to determine both the critical length and the fiber/matrix interface shear stress. Scanning electron microscopy revealed a good adherence of the epoxy resin to the coir fiber surface.

Key words: Coir fiber; Epoxy composite; Pullout test; Structural characteristics.

¹ Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² Graduando, 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. luclopes_@hotmail.com

³ M.Sc., Doutorando, LAMAV – CCT/UENF.

⁴ PhD, Professor Titular, LAMAV – CCT/UENF.

⁵ Graduando, LAMAV – CCT/UENF.

1 INTRODUÇÃO

Compósitos reforçados com fibras longas e alinhadas são aqueles que apresentam o melhor desempenho mecânico comparativamente aos outros tipos de compósitos.⁽¹⁻⁴⁾ A avaliação para caracterizar se uma fibra pode ser considerada longa como reforço de uma dada matriz baseia-se no conceito de comprimento crítico. Abaixo de um valor mínimo, ou seja, o crítico, a fibra não agiria como efetivo reforço na matriz do compósito. Neste caso, não ocorreria uma eficiente transmissão de carga aplicada na matriz para a fibra. Baseado neste conceito, foi proposto⁽⁵⁾ um ensaio de arrancamento individual de fibra, conhecido pela sua denominação inglesa de “pullout”, para determinar o comprimento crítico desta fibra relativamente a uma determinada matriz. As características deste ensaio e a complexidade associada à sua interpretação foram apresentadas em recente publicação.⁽⁶⁾ A despeito das dificuldades inerentes ao ensaio de pullout, este tipo de teste vem sendo utilizado para se determinar o comprimento crítico tanto de fibras sintéticas⁽⁷⁻⁹⁾ quanto de fibras naturais.⁽¹⁰⁻¹²⁾ Além disto, através do comprimento crítico, obtido no ensaio de pullout, é possível se avaliar também a tensão cisalhante interfacial, τ_c , que mede a resistência na interface fibra/matriz:⁽⁴⁾

$$\tau_c = \frac{d\sigma_f}{2l_c} \quad [1]$$

onde d é o diâmetro da fibra e σ_f sua resistência à tração.

No caso de fibras de coco em matriz de poliéster, ensaios de Pullout⁽¹²⁾ revelaram um comprimento crítico de $5,36 \text{ mm} \pm 1,4 \text{ mm}$ e, pela Eq. [1], uma tensão cisalhante interfacial de $0,43 \text{ MPa} \pm 0,01 \text{ MPa}$. Visando dar continuidade a esta investigação em fibras de coco ensaiadas em pullout relativamente à matriz polimérica, o presente trabalho realizou uma análise preliminar do desempenho desta fibras em matriz epoxídica por meio de ensaios de pullout.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As fibras de coco empregadas no presente trabalho foram cedidas pela empresa Coco Verde Reciclado.⁽¹³⁾ Uma avaliação estatística dos comprimentos e diâmetros das fibras do lote cedido pela referida empresa está apresentada nos histogramas da Figura 1. Os valores médios obtidos nesta avaliação estatística foram: comprimento 179 mm e diâmetro 0,28 mm.

Para os ensaios de pullout, as fibras foram encapsuladas com diferentes comprimentos embutidos, 5 mm, 10 mm, 20 mm, 30 mm e 40 mm, em matriz epoxídica, conforme esquematicamente mostrado na Figura 2. A cápsula polimérica mostrada nesta figura foi confeccionada em resina epóxi comercial com denominação química éter diglicidílico do bisfenol A (DGEBA) endurecida com trietileno tetramina (TETA) na proporção estequiométrica de 13 partes de TETA para 100 partes de DGEBA ou, em inglês *parts per hundred of resin*, phr 13.

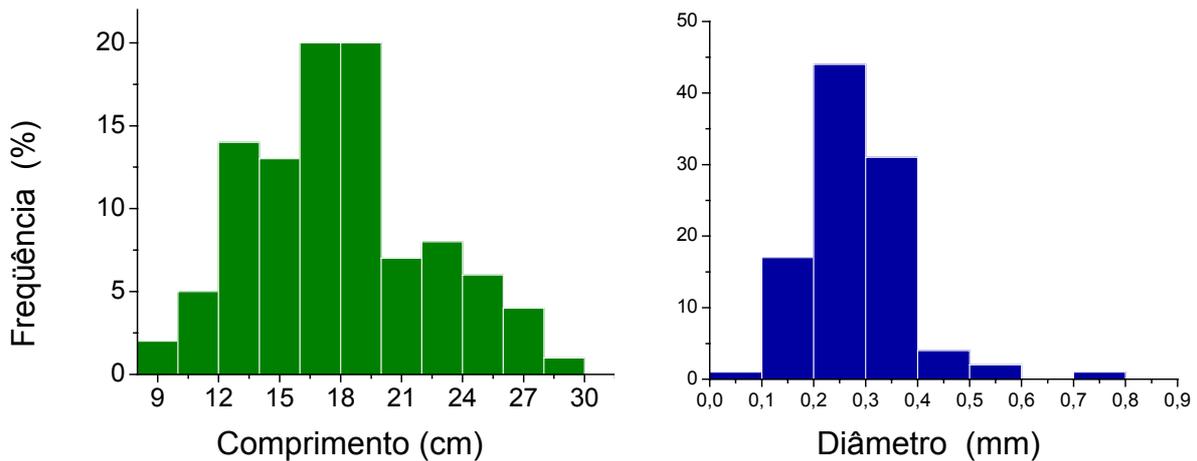


Figura 1 – Histogramas de distribuição de: (a) comprimento e (b) diâmetro das fibras de coco.

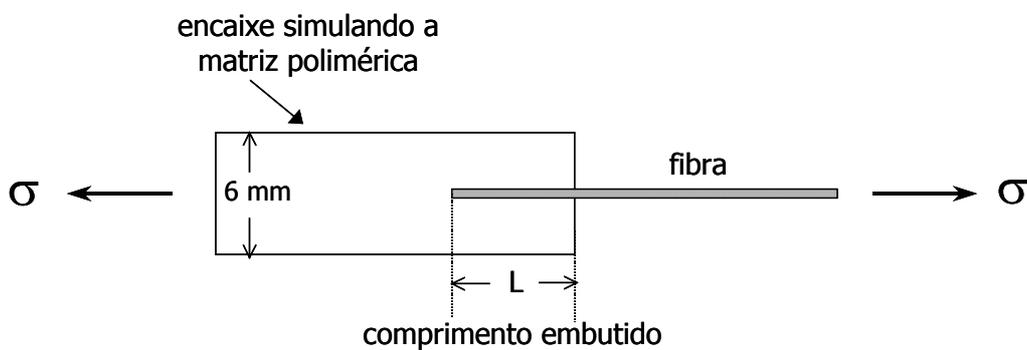


Figura 2 – Esquema do corpo de prova do ensaio de Pullout.

Os ensaios de Pullout, nos quais cada corpo de prova (Figura 2), é tracionado por garras especiais prendendo ambas as extremidades, a da fibra e a oposta da cápsula, foram conduzidos em um equipamento EMIC modelo DL 10.000 com capacidade de 100 kN a uma velocidade constante de $3,3 \times 10^{-5}$ m/s. A pressão nas garras foi ajustada para permitir que tanto a fibra quanto a cápsula de epóxi fossem firmemente apertadas sem escorregarem para fora da garra mas também sem serem danificadas pelo aperto.

Amostras das fibras, tanto rompidas quanto arrancadas após o ensaio de pullout, tiveram suas superfícies analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Estas amostras foram previamente montadas em um suporte com fita de carbono e duplamente metalizadas com ouro para boa condução elétrica. A análise por MEV foi realizada em um microscópio Jeol modelo JSM-460LV do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ usando elétrons secundários acelerados a 15 kV.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 3 ilustra o aspecto característico das curvas de força em tração vs. alongamento de corpos de prova correspondentes a cada um dos comprimentos embutidos selecionados no presente trabalho. Em relação a esta figura, é importante mencionar que as curvas associadas aos comprimentos embutidos de 5 mm, Figura 3(a); 10 mm, Figura 3(b), e 20 mm, Figura 3(c), apresentam serrilhações típicas de um processo de escorregamento gradativo. Ou seja, nestes corpos de prova, a fibra terminou sendo totalmente arrancada da cápsula de epóxi sem se romper.

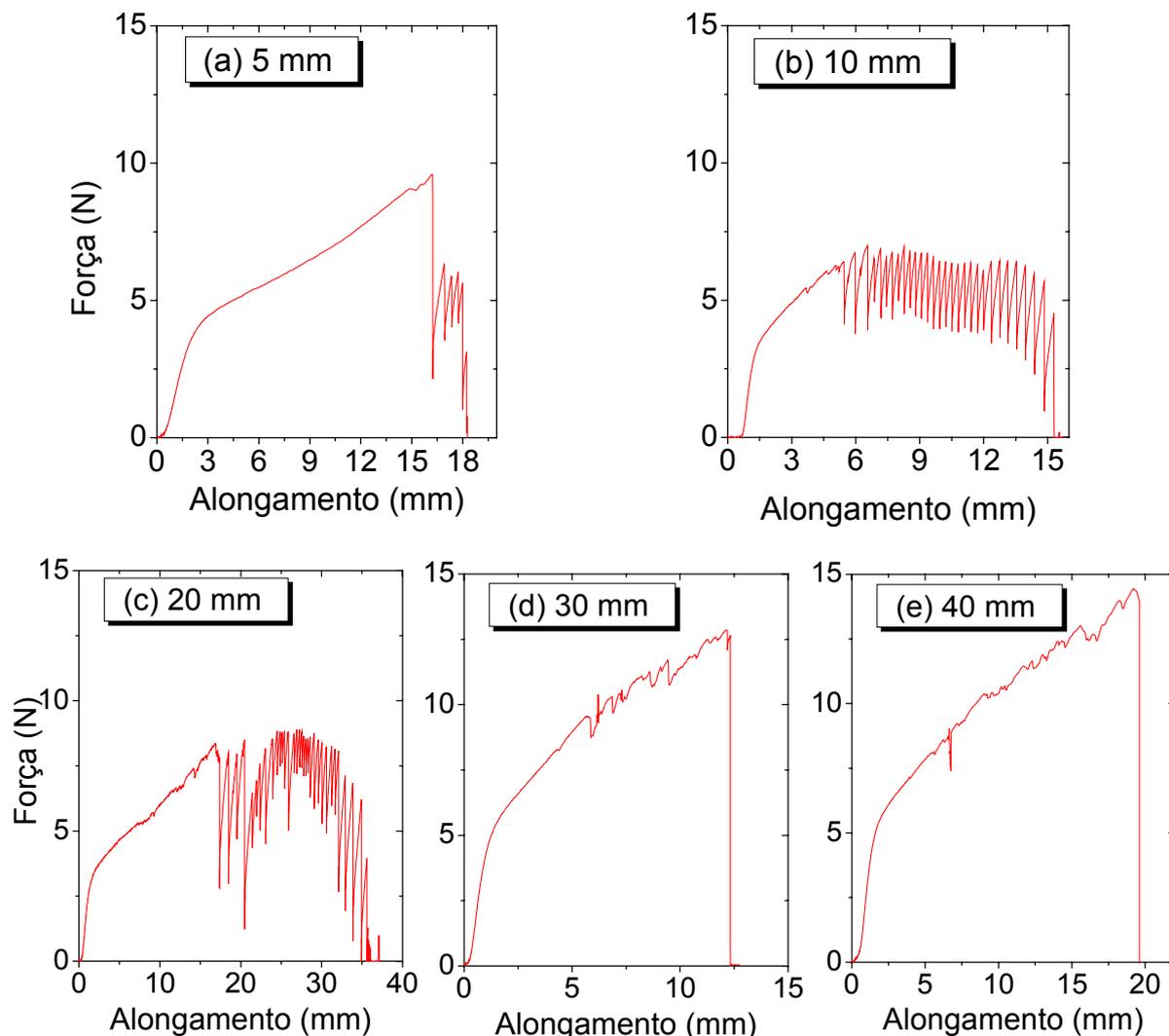


Figura 3 - Curvas de força em tração vs. alongamento para corpos de prova selecionados com diferentes comprimentos embutidos.

Nos casos das curvas associadas aos comprimentos embutidos de 30 mm, Figura 3(d) e 40 mm, Figura 3(e), os corpos de prova romperam-se nas fibras. Nestes casos, não houve escorregamento, isto é as fibras não foram arrancadas da cápsula de epóxi como nos corpos de prova das curvas das Figuras 3(a) e (b). As pequenas oscilações observadas em todas as curvas durante o aumento da força não correspondem ao processo de arrancamento da fibra. Estas oscilações estão relacionadas com a ruptura, uma a uma, das fibrilas que constituem uma fibra de coco⁽¹³⁾ até a fratura final desta fibra.

Com base nos resultados de curvas como as da Figura 3, calculou-se a tensão máxima atingida em cada ensaio dividindo-se a força pela área da seção reta da fibra que constituía o corpo de prova de Pullout (Figura 2). Esta área foi obtida antes do ensaio através de três medidas de diâmetro, em cada fibra, considerando a seção reta como circular. Para cada comprimento embutido, foram realizados pelo menos 10 ensaios de Pullout a fim de garantir uma precisão estatística.

A Figura 4 apresenta a curva geral de pullout para fibras de coco embutidas em resina epóxi, seguindo o esquema de ensaio da Figura 2. Além das tensões máximas (pullout stress) com suas respectivas barras de erro, correspondentes à média e desvio padrão dos ensaios de pullout para cada comprimento embutido, a Figura 4 mostra também duas linhas horizontais tracejadas. Estas horizontais são indicativas do intervalo de 95 MPa a 174 MPa reportado⁽¹⁴⁾ para a resistência à tração de fibras de coco.

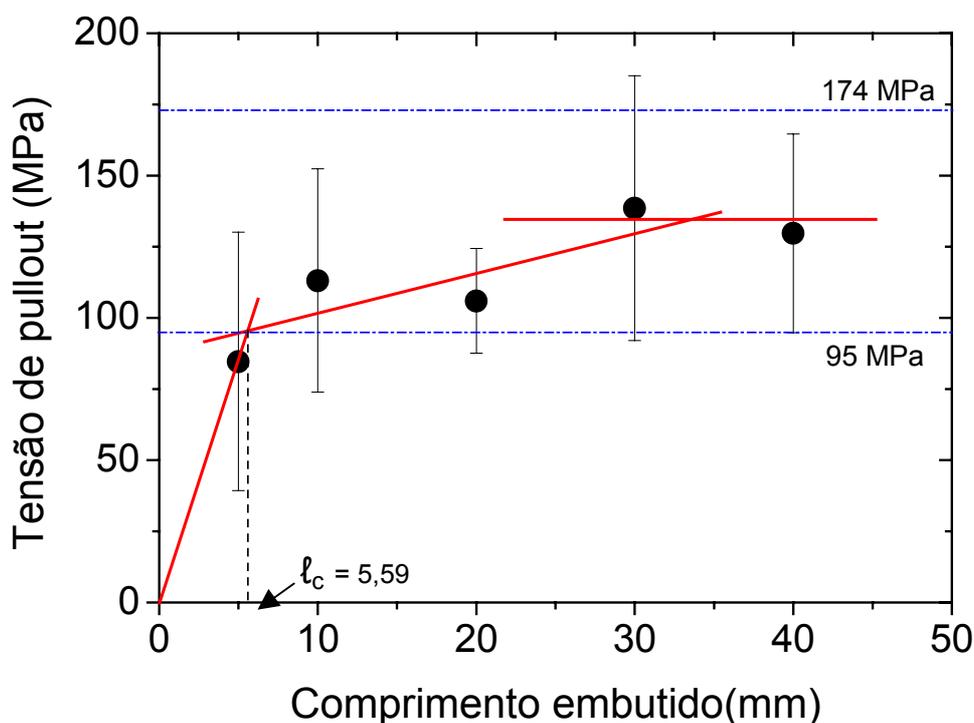


Figura 4 - Curva de pullout para fibras de coco embutidas em resina epóxi.

É importante observar na Figura 4 que as barras de erro das tensões associadas aos comprimentos embutidos de 30 mm e 40 mm praticamente coincidem com as horizontais, 95 MPa e 174 MPa, do intervalo de resistência à tração de fibras de coco.⁽¹⁴⁾ Isto é esperado já que, para estes comprimentos embutidos, o término do ensaio de Pullout ocorre preferencialmente por ruptura da fibra. Ou seja, para estes maiores comprimentos embutidos, a força necessária ao arrancamento da fibra supera aquela para a sua ruptura. Assim, na curva de Pullout da Figura 4 permitiu-se traçar um trecho horizontal representativo do intervalo de 30 mm a 40 mm.

Abaixo do comprimento de 30 mm, as tensões diminuem. Ajustou-se então a melhor reta entre 5 mm e 30 mm, representativa do trecho intermediário da curva de pullout. O trecho inicial da curva na Figura 4 foi representado pela reta passando pela origem e pelo ponto correspondente a 5 mm. Este procedimento foi anteriormente utilizado para se obter curvas de pullout de fibra coco/poliéster⁽¹²⁾ e fibra de curauá/poliéster.⁽¹⁵⁾ A justificativa para o procedimento adotado no presente trabalho está detalhada em uma publicação sobre a metodologia de análise do ensaio de pullout para fibras lignocelulósicas.⁽⁶⁾

Seguindo a metodologia adotada, o valor do comprimento crítico da fibra de coco na matriz de epóxi DGEBA/TETA estequiométrica deste trabalho, foi calculado

na interseção do primeiro trecho com o trecho intermediário da curva de Pullout da Figura 3. O valor obtido de $l_c = 5,59$ é pouco maior que o valor de 5,36 obtido para ensaios de pullout de fibras de coco em resina poliéster.⁽¹³⁾ Com base neste comprimento crítico calculou-se a tensão cisalhante interfacial através da Eq. [1] utilizando-se $d=0,28$ mm (Figura 1), e $\sigma_f=134,5$ MPa, como média dos limites de resistência à tração para fibras de coco.⁽¹⁴⁾

$$\tau_c = 3,37 \text{ MPa} \quad [2]$$

O valor da tensão cisalhante interfacial na Eq. [2] é relativamente pequeno mas da ordem do obtido para outras fibras lignocelulósicas em matriz polimérica, como apresentado na Tabela 1. Na realidade, pelo fato das fibras lignocelulósicas serem hidrofílicas e as resinas poliméricas, hidrofóbicas, é esperado uma baixa resistência interfacial fibra/matriz nestes compósitos.⁽¹⁶⁾

Tabela 1 – Tensão cisalhante interfacial para fibras lignocelulósicas em matriz polimérica.

Fibra/matriz	τ_c (MPa)	Referência
Coco/epóxi	3,37	Presente trabalho
Coco/poliéster	0,43	(6)
Curauá/poliéster	0,50	(6)
Piaçava/poliéster	2,35	(10) média de valores
Sisal/poliéster	4,52	(14,10) estimado

Os resultados obtidos foram complementados com observações por MEV. A Figura 5 apresenta a ponta de ruptura de uma fibra que rompeu sem ter escorregado para fora da cápsula de epóxi com 30 mm de comprimento embutido. Nesta figura observam-se com baixo aumento (Figura 5(a)), vestígios das fibrilas que se romperam gradativamente e ocasionaram as pequenas oscilações na curva de força vs. Alongamento (Figura 3(d)) antes da fratura. Com maior aumento têm-se detalhes da ruptura de fibrilas cujas distorções podem estar associadas a uma certa plasticidade total da fibra.

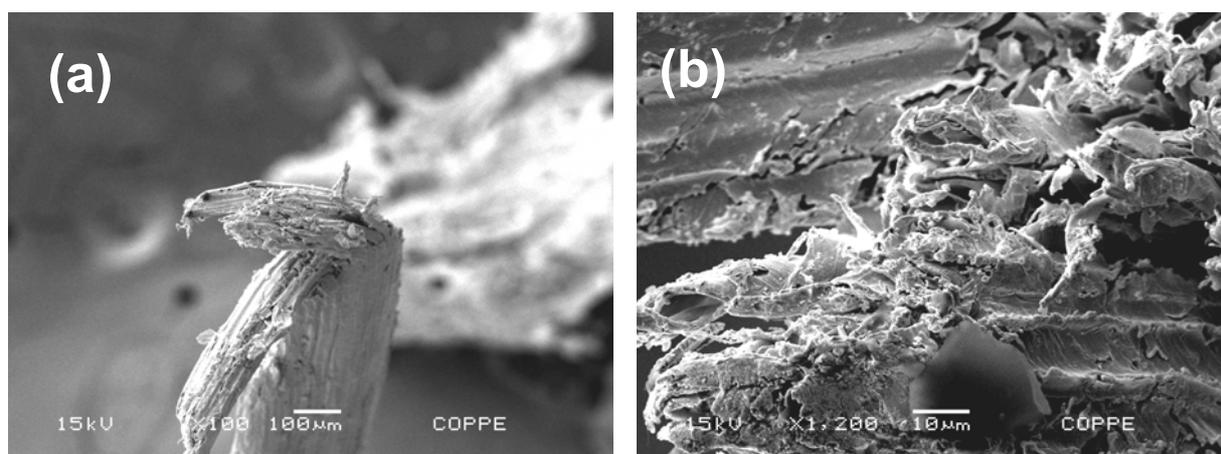


Figura 5 – Ponta rompida de uma fibra de coco embutida em 30 mm de resina epóxi: (a) 100 x; (b) 1.200x.

A Figura 6 mostra micrografias por MEV da superfície de uma fibra de coco que escorregou totalmente da cápsula de epóxi onde estava embutida em 5 mm. Nesta figura com baixo aumento (Figura 6(a)), a fibra encontra-se bem aderida a uma

fina camada de resina epóxi que permite inclusive revelar detalhes morfológicos da superfície da fibra. Com maior aumento (Figura 6(b)), a camada de resina epóxi apresenta-se danificada, expondo a superfície da fibra. Esta superfície aparece como regiões brilhantes na Figura 6(b) devido ao carregamento de elétrons.

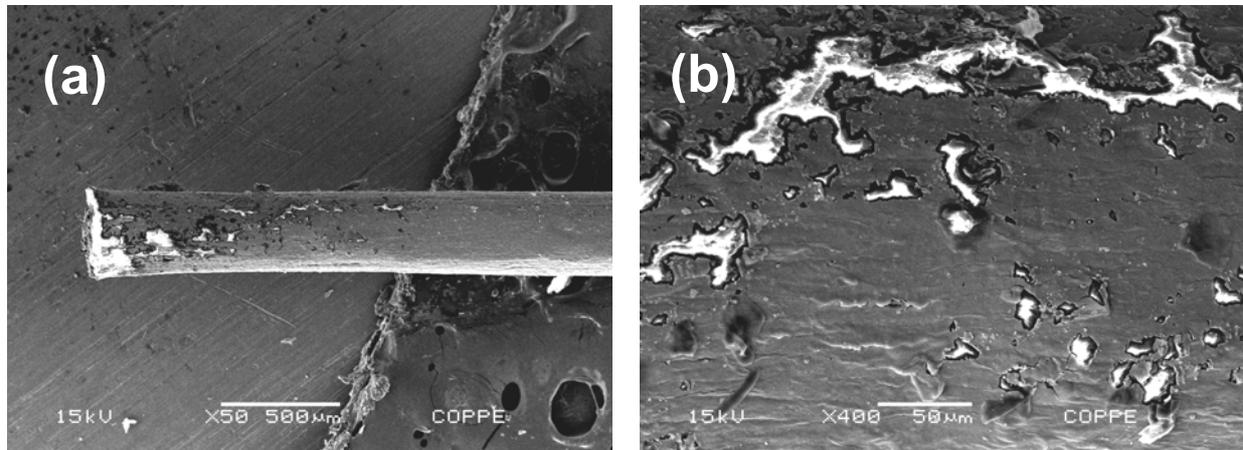


Figura 6 – Superfície de uma fibra de coco que escorregou totalmente para fora da cápsula de epóxi com 5mm de comprimento: (a) 50 x; (b) 400x.

Como observações finais, é relevante mencionar que os ensaios de pullout mostraram uma boa aderência da resina epóxi DGEBA/TETA estequiométrica à fibra de coco comparativamente com a resina poliéster.^(6,12) Entretanto, o presente trabalho ainda é uma investigação preliminar envolvendo um número reduzido de comprimentos embutidos e, para cada um, relativamente poucos corpos de prova testados. Sugere-se, pois, em um próximo trabalho, ampliar os pontos da curva de pullout da Figura 4 e aprimorar a análise estatística ao mesmo nível que foi feito em trabalhos anteriores.^(13,15)

4 CONCLUSÕES

Resultados de ensaios de pullout em corpos de prova de fibra de coco fixada à resina epóxi DGEBA/TETA estequiométrica, para comprimentos embutidos de 5 a 40 mm, permitiram construir uma curva da dependência da tensão com este comprimento.

Através desta curva de pullout, calculou-se um comprimento crítico $l_c = 5,59$ mm e uma tensão cisalhante interfacial $\tau_c = 3,37$ MPa, com base em metodologia desenvolvida para fibras lignocelulósicas.

Observações da superfície de fibras arrancadas da cápsula no ensaio de Pullout revelaram uma boa aderência da resina epóxi à fibra de coco.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, CNPq, CAPES e FENORTE/TECNORTE. É também motivo de agradecimento a permissão para o uso MEV, por parte da Prof Luiz Henrique de Almeida do PEMM/COPPE/UFRJ.

REFERÊNCIAS

- 1 HULL, D.; CLYNE T.W. **An Introduction to Composite Materials**, Cambridge: Cambridge Univers. Press, 1981.
- 2 AGARWAL, B.D.; BROUTMAN, L.J. **Analysis and Performance of Fiber Composites**, Nova York: John Wiley & Sons, 1990.
- 3 ASHBEE, K.H.G. **Fundamental Principles of Fiber Reinforced Composites**, Lancaster: Technomic Pub.Co. Inc., 1993.
- 4 CALLISTER Jr., W.D. **Materials Science and Engineering – An Introduction**, 5ª Edição, Nova York : John Wiley & Sons, 2000.
- 5 KELLY, A.; TYSON, W.R. **High Strength Materials**, Nova York, Wiley, 1965.
- 6 MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. Ensaios de pullout em fibras lignocelulósicas – Uma metodologia de análise. **Rev. Mater.**, v.11(3), p. 189-196, 2006.
- 7 YUE, C.Y.; CHEUNG, W.L. Interfacial properties of fibrous composites: Part I. Model for the debonding and pullout processes. **Journal of Materials Science**, v. 27, p. 3173-3180, 1992.
- 8 YUE, C.Y.; LOOI, H.C.; QUEK, M.Y. Assesment of fibre-matrix adhesion and interfacial properties using the pullout test, **Int. Journal Adhesion and Adhesives**, v. 15, p. 73-80, 1995.
- 9 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. **Composites Science Technology**, v. 62, p.2169-2177, 2002.
- 10 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, **Journal of Materials Science Letters**, v. 22, p. 1495-1497, 2003.
- 11 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, Jul. 2005, Belo Horizonte, Brasil, p.1-10.
- 12 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, Fev. 2006. San Antonio, USA, p. 1-8.
- 13 <http://www.cocoverderj.com.br/> , Acesso em: 07 fev. 2008.
- 14 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.
- 15 MONTEIRO, S.N.; AQUINO, R.C.M.P.; LOPES, F.P.D. Performance of curaua fibers in pullout tests. **J. Materials Science**, v. 43, p. 489-493, 2008.