MINISTÉRIO DA DEFESA EXÉRCITO BRASILEIRO DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

ARTUR CAMPOSO PEREIRA

PROPRIEDADES E ESTRUTURA DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS E TECIDO DE FIQUE

> Rio de Janeiro 2017

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

ARTUR CAMPOSO PEREIRA

PROPRIEDADES E ESTRUTURA DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS E TECIDO DE FIQUE

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais. Orientador:

Prof. Sergio Neves Monteiro – Ph.D.

Rio de Janeiro 2017 c2017

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 - Praia Vermelha

Rio de Janeiro - RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá

incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar

qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre

bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que

esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações,

desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica

completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e

do(s) orientador(es).

620.1 Pereira, Artur Camposo

P436p

Propriedades e estrutura de compósitos poliméricos reforçados com fibras e tecido de fique / Artur Camposo Pereira; orientado por Sergio Neves Monteiro – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2016.

67p.: il.

Dissertação (Mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.

Owner to O'Control to Materials

1. Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Fibra natural. 3. Poliéster. I. Monteiro, Artur Neves. II. Título. III. Instituto

Militar de Engenharia.

Rio de Janeiro 2017

2

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

ARTUR CAMPOSO PEREIRA

PROPRIEDADES E ESTRUTURA DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS E TECIDO DE FIQUE

Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

| Orientador: Prof. Sergio Neves Monteiro – Ph.D. do IME |
|--|
| Aprovada em 16 de janeiro de 2017 pela seguinte Banca Examinadora: |
| |
| |
| Prof. Sergio Neves Monteiro – Ph.D. do IME – Presidente |
| |
| Prof. André Ben-Hur da Silva Figueiredo – D.C. do IME |
| |
| |
| Prof. Luís Carlos da Silva- D.C. da faculdade SENAI |

Rio de Janeiro 2017

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por me conceder confiança, coragem e persistência para superar os desafios e aprender com os erros.

À minha família, especialmente meus pais Nilson e Carminda, por estarem comigo nos bons e maus momentos, por serem pessoas maravilhosas que não medem esforços para me ajudar.

Ao meu orientador, professor, conselheiro e amigo Sergio Neves Monteiro, por todo o suporte que possibilitou a conclusão deste trabalho, pelos sábios conselhos motivacionais que foram muito além da área acadêmica.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do IME, por serem excelentes profissionais que trabalham em benefício da educação brasileira.

Aos colegas e amigos Fábio, Fernanda, Cap. Lúcio, Noan, Foluke e Cap. Édio, pelas várias vezes que me ajudaram nos processos laboratoriais, repassando seus conhecimentos com paciência e atenção, e pelo auxílio durante os ensaios.

Aos demais colegas do IME pela ajuda e pelos bons momentos de convívio.

Ao Flávio, pelo auxílio na operação do MEV, que possibilitou obter micrografias de qualidade e dos demais ensaios térmicos alcançados.

À CAPES, pelo suporte financeiro para o desenvolvimento deste trabalho.

SUMÁRIO

| LISTA DE ILUSTRAÇÕES | 7 |
|---|----|
| LISTA DE TABELAS | 10 |
| LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS | 11 |
| 1. INTRODUÇÃO | 14 |
| 1.1. Objetivo do estudo | 15 |
| 1.1.1. Objetivo geral | 15 |
| 1.1.2. Objetivos específicos | 15 |
| 1.2. Justificativa do tema | 15 |
| 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 16 |
| 2.1. Compósitos | 16 |
| 2.1.1. Classificação dos compósitos | |
| 2.1.2. Processos de fabricação de compósitos | 18 |
| 2.1.3. Adesão mecânica na interface fibra/matriz dos compósitos | 19 |
| 2.1.4. Fratura em compósitos reforçados com fibras | |
| 2.1.5. Separação entre fibra/matriz | |
| 2.1.6. Ruptura das fibras | 21 |
| 2.1.7. Ruptura da matriz | 21 |
| 2.2. Compósitos de matriz polimérica | 21 |
| 2.3. Matriz poliéster | 22 |
| 2.4. Fibras naturais lignocelulósicas (fnl) | 23 |
| 2.5. Fibras sintéticas | 27 |
| 2.6. Fibras de fique | 28 |
| 2.6.1. Caracterização microestrutural da fibra de fique | 29 |
| 2.6.2. Variação Do Diâmetro Da Fibra | 29 |
| 2.6.3. Variação Da Densidade De Defeito | 30 |
| 2.6.4. Variação Da Porosidade | 31 |
| 2.7. Arranjo das fibras no tecido de fique | 31 |
| 3. MATERIAIS E MÉTODOS | 33 |

| 3.1. Fibra e tecido de fique | 33 |
|--|----|
| 3.2. Resina poliéster | 33 |
| 3.3. Ensaio de impacto de charpy e izod de tecido de fique | 33 |
| 3.4. Análises térmicas | 34 |
| 3.4.1. Tga/dtg e dsc | 34 |
| 3.4.2. Análise dinâmico-mecânica (dma) | 36 |
| 3.5. Microscopia eletrônica de varredura | 37 |
| 4. RESULTADO E DISCUSSÃO | 39 |
| 4.1. Ensaios de impacto de charpy | 39 |
| 4.2. Ensaios de impacto de izod | 42 |
| 4.3. Análises térmicas | 45 |
| 4.3.1. Tga e dsc da fibra de fique | 45 |
| 4.3.2. Tga/dtg do fique em matriz poliéster | 48 |
| 4.3.3. Dsc do fique em matriz poliéster | 52 |
| 4.3.4. Dma do fique em matriz poliéster | 54 |
| 5. CONCLUSÕES | 61 |
| 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 63 |

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| FIG. 2.1 Esquema do mecanismo de ruptura em materiais compósitos (SILVA, |
|--|
| 2009) |
| FIG. 2.2 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de FNLs: a) sisal, b) |
| bamboo, c) coco e d) piaçava (Fonte: MONTEIRO et al., 2011) 24 |
| FIG. 2.3 Microestrutura de uma fibra natural lignocelulósica (Adaptado de KALIA |
| et al., 2011)25 |
| FIG. 2.4 Estrutura química da celulose (Fonte: Adaptado de MOHANTY et al., |
| 2002) |
| FIG. 2.5 Estrutura química da Lignina (Fonte: Adaptado de MOHANTY et al., |
| 2002) |
| FIG. 2.6 O fique (Furcraea andina): (a) plantas cultivadas e (b) fibras extraídas |
| sendo sacadas. (Fonte: Adaptado de ALTOÉ, 2016) |
| FIG. 2.7 Aspecto da fratura da fibra de fique, x300, 0,18 <d<0,21mm (a)<="" td=""></d<0,21mm> |
| 0,21 <d<0,24mm (b)="" (fonte:="" 2015)<="" adaptado="" de="" td="" teles,=""></d<0,24mm> |
| FIG. 2.8 Micrografia da região de tração da fibra de fique, x300, 0,20 <d<0,15mm< td=""></d<0,15mm<> |
| (a) 0,27 <d<0,30mm (fonte:="" 2015)<="" adaptado="" de="" td="" teles,=""></d<0,30mm> |
| FIG. 2.9 Micrografia da lateral da fibra de fique, x300, 0,12 <d<0,15mm (a)<="" td=""></d<0,15mm> |
| 0,27 <d<0,30mm (fonte:="" 2015)<="" adaptado="" de="" td="" teles,=""></d<0,30mm> |
| FIG. 2.10 Diferentes arranjos de fibras em tecido: (a) básico ou simples; (b) sarja; |
| (c) cetim (Fonte: Adaptado de JOHN & THOMAS, 2008)32 |
| FIG. 3.1 Fibras de fique: (a) fibras separadas; (b) tecido com trama simples |
| (entremeado ortogonal e alternado) |
| FIG. 3.2 Pendulo instrumentado PANTEC |
| FIG. 3.3 Equipamento de ensaio para TGA |
| FIG. 3.4 Equipamento de ensaio para DSC |
| FIG. 3.5 Espécimes DMA de compósitos de matriz poliéster incorporada com |
| fração de volume diferentes de tecido de fique (a) e fibras alinhadas de |
| fique (b); |
| FIG. 3.6 Equipamento de DMA |
| FIG. 3.7 Microscópio eletrônico de varredura JSM-5800LV |

| FIG. 4.1 Energia de impacto Charpy em função das diferentes frações em peso de |
|--|
| tecido de fique 39 |
| FIG. 4.2 Aspecto dos corpos de prova rompidos por impacto Charpy 40 |
| FIG. 4.3 Superfície de fratura de impacto Charpy da amostra de poliéster puro (a |
| e compósito de poliéster reforçado com 10% (b), 20% (c) e 30% de |
| tecido de fique (d)4 |
| FIG. 4.4 Energia de impacto de Izod em função da fração de tecido de fique 4 |
| FIG. 4.5 Típicas fraturas de corpos de provas por testes de impacto Izod 4 |
| FIG. 4.6 Superfície de fratura de impacto Izod da amostra de poliéster puro (a) |
| compósito de poliéster reforçado com 10% (b), 20% (c) e 30% de |
| tecido de fique (d)4 |
| FIG. 4.7 Curva de TGA para a fibra de fique4 |
| FIG. 4.8 Curvas TGA e DTG de fibras de fique4 |
| FIG. 4.9 Curva de DSC para a fibra de fique4 |
| FIG. 4.10 As curvas TGA/DTG do poliéster puro4 |
| FIG. 4.11 Curvas TGA/DTG de poliéster reforçados com 10% em volume de fibra |
| de fique50 |
| FIG. 4.12 Curvas TGA/DTG de poliéster reforçados com 20% em volume de fibra |
| de fique50 |
| FIG. 4.13 Curvas TGA/DTG de poliéster reforçados com 30% em volume de fibra |
| de fique50 |
| FIG. 4.14 Curva de DSC para poliéster puro5 |
| FIG. 4.15 Curva de DSC para 10% de fibra de fique5 |
| FIG. 4.16 Curva de DSC para 20% de fibra de fique5 |
| FIG. 4.17 Curva de DSC para 30% de fibra de fique5 |
| FIG. 4.18 Curvas de DMA para poliéster puro5 |
| FIG. 4.19 Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados com |
| volume de 10% de tecido de fique5 |
| FIG. 4.20 Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados com |
| volume de 20% de tecido de fique5 |
| FIG. 4.21 Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados com |
| volume de 30% de tecido de fique5 |

| FIG. | 4.22 | Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados co | m c |
|------|------|--|-----|
| | | volume de 10% de fibras alinhas de fique. | 59 |
| FIG. | 4.23 | Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados co | m c |
| | | volume de 20% de fibras alinhas de fique. | 59 |
| FIG. | 4.24 | Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados co | m c |
| | | volume de 30% de fibras alinhas de fique | 60 |

LISTA DE TABELAS

| TAB. | 3.1 | Propriedades | de | algumas | FNLs | em | comparação | com | as | fibras |
|------|-------|------------------------------------|------|------------|----------|-------|------------------|-----|----|--------|
| | s | intéticas | | | | | | | | 27 |
| TAB. | 3.2 (| Caracterização | macr | oestrutura | ıl e med | cânic | a da fibra de fi | que | | 29 |
| TAB. | | Energia de impa ecido de fique. | | | | | • | • | • | |
| TAB. | | Energia de imp ecido de fique. | | • | • | | | • | | |
| TAB. | | Parâmetros ter 60% em volume | • | | • | | | • | | |

LISTA DE SIGLAS

| ASTM | American Society for Testing and Materials |
|------|--|
| CMP | Compósito de Matriz Polimérica |
| DMA | Dynamic Mechanical Analysis |
| DSC | Differential Scanning Calorimeter |
| DTG | Derivative Thermo-Gravimetric |
| FNL | Fibra Naturais Lignocelulosicas |
| MEV | Microscópio Eletrônico de Varredura |
| TGA | Thermo-Gravimetric Analysis |

RESUMO

O setor industrial vem cada vez mais necessitando de novos materiais que apresentem boa resistência e um custo menor. Os danos ambientais provocados por estes materiais sintéticos, conflitos relacionados com a utilização de formas não renováveis de energia, estão aumentando o interesse de se introduzir no mercado materiais naturais em substituição aos sintéticos, que apresentam um maior consumo de energia em sua fabricação e são mais caros e poluentes. A utilização de fibras naturais lignocelulósicas obtidas à base de vegetais e plantas estão sendo mais valorizadas como alternativa ambientalmente mais correta para substituir materiais não-recicláveis, que acarretam consumo elevado de energia, como as fibras de vidro em compósitos. Entre outras, essa fibra sintética apresenta um risco para a saúde quando inalado e sua produção está associada a emissões de CO2, o principal causador do efeito estufa e responsável pelo aquecimento global. Nenhuma destas deficiências se aplica lignocelulósicas extraídas de plantas, que são renováveis, biodegradáveis e não favorecem, em média, a emissão de CO2, por absorverem este gás durante todo o seu ciclo de vida. A fibra natural lignocelulósica de fique vem sendo extensivamente investigada em várias pesquisas, como compósitos poliméricos, por ela reforçados. Além de não causarem problemas ao meio ambiente, os compósitos reforçados com este tipo de fibra residual, podem substituir produtos de madeira, trazendo várias vantagens, como evitar a devastação florestal. Além disto, estes compósitos poliméricos podem ainda ser utilizados em materiais de construção e peças de automóveis. Entretanto, para que se tenha um compósito suficientemente rígido para competir com produtos convencionais, como as chapas de aglomerado de madeira, somente um percentual limitado da fibra de fique pode ser incorporado na matriz polimérica. Sendo assim, é investigado nesta dissertação materiais reforçados com fibra de fique, a fim de produzi-los com boa resistência.

.

ABSTRACT

It is a global reality that the industry is increasingly requiring new materials. Material showing good strength and a lower cost as compared to synthetics. Another aspect can't fail to mention is the environmental damage caused by these synthetic materials, conflicts over the use of non-renewable energy forms, are of increasing interest to market natural materials to replace synthetic materials, which have higher energy consumption in their manufacture and are comparatively more expensive and polluting. Engineering applications of natural lignocellulosic fibers obtained from vegetables and plants are valued as being more environmentally correct alternative to replace non-recyclable materials, which lead to high consumption of energy, such as glass fiber composites. Among others, this synthetic fiber presents a risk to health when inhaled and its production is associated with emissions of CO2, the main greenhouse gas, responsible for global warming. None of these deficiencies apply to lignocellulosic fibers extracted from plants, which are renewable, biodegradable and do not contribute, on average, the emission of CO2, by absorbing this gas throughout its life cycle. The lignocellulosic fique natural fiber has been extensively investigated in several studies, such as polymer composites, reinforced by it. In addition to not cause problems to the environment, the composites reinforced with this type of residual fiber, can replace wood products, bringing several advantages such as preventing forest devastation. Moreover, these polymer composites can also be used in building materials and automobile parts. However, in order to have a composite rigid enough to compete with conventional products such as sheets of wood shavings, only a limited percentage of figue fiber can be incorporated into the polymer matrix. Therefore, reinforced materials is investigated in this dissertation of fique fiber in order to produce them with good strength.

1. INTRODUÇÃO

A literatura define o compósito como sendo um material formado por dois ou mais materiais com características e aspectos diferentes, no entanto quando analisados macroscopicamente o mesmo é homogêneo, podendo possuir fibras longas ou curtas (GAY, 1991). A utilização de compósitos reforçados com fibras naturais é o reflexo das preocupações com as questões ambientais, como a poluição causada por resíduos que não são biodegradáveis ou não podem ser incinerados, bem como as mudanças climáticas devido às emissões de CO2 associadas aos processos de utilização intensiva de energia e motiva também este trabalho o desenvolvimento auto-sustentável, já que as fibras naturais geram fonte de renda, principalmente nos países em desenvolvimento, onde grande parte são originárias, incentivando o cultivo à agricultura de não-alimentícios. Adicionalmente, vale também lembrar que estas fibras provêm de fontes renováveis, além de serem abundantes, de baixo custo e possuírem um conjunto relevante de propriedades mecânicas (CROCKER, 2008). Uma grande variedade de fibras naturais, obtidas a partir de plantas ricas em celulose, e denominadas como fibras lignocelulósicas, têm sido, nos últimos anos, não só investigadas, mas efetivamente aplicadas na engenharia de compósitos (SATYANARAYANA, 2007).

A fibra natural lignocelulósica de fique vem sendo extensivamente investigada recentemente. Os compósitos reforçados com este tipo de fibra residual podem substituir produtos de madeira, trazendo várias vantagens, e ainda podem ser utilizados em materiais de construção e peças de automóveis (ZAH, 2007).

Para que se tenha um compósito com propriedades capazes de competir com produtos convencionais, somente um percentual limitado da fibra de fique pode ser incorporado na matriz polimérica. Por outro lado as fibras de fique destacam devido à sua resistência específica relativamente alta. A finalidade desta pesquisa é desenvolver materiais compósitos com matriz de resina poliéster reforçados com tecido de fique, para aplicações em diversos setores, incluindo construção civil e indústria automobilística. Motivos sociais, econômicos e ambientais servem como motivação para o interesse nesta pesquisa (MONTEIRO et al, 2009).

1.1. OBJETIVO DO ESTUDO

1.1.1. OBJETIVO GERAL

O objetivo central deste trabalho foi desenvolver novos materiais que possam ser utilizados para fins industriais ou alternativos, renovando, de forma opcional, a utilização de materiais nocivos ao ambiente.

1.1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Confeccionar corpos de prova de compósitos de poliéster, reforçados com tecido de fique, com isso, estabelecer uma relação entre matriz e fibra, que aperfeiçoe suas propriedades mecânicas.
- Avaliar as propriedades mecânicas e térmicas dos corpos de prova, com diferentes frações de fibra.
- Estudar os aspectos estruturais da fibra de fique de seus compósitos em matriz poliéster, através da análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

1.2. JUSTIFICATIVA DO TEMA

A realização do presente trabalho é de grande relevância para os desenvolvimentos científicos, tecnológicos, econômicos e principalmente para o benefício do meio ambiente. O trabalho realizado com êxito poderá trazer grandes benefícios a toda a sociedade.

A necessidade de estudos mais profundos sobre as vantagens do uso de fibras naturais como reforço estrutural em compósitos poliméricos justifica a introdução deste trabalho no meio científico e tecnológico.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. COMPÓSITOS

O mercado dos materiais compósitos tem crescido de forma constante nas últimas décadas e, hoje, inclui diversas aplicações aeroespaciais, biomédicas, na indústria automobilística, bem como na infraestrutura civil. Nestes e em vários outros setores, muitos profissionais têm sentido a necessidade de conceber produtos com estes novos materiais (compósitos) (NETO e PARDINI, 2006).

Embora a associação do termo compósito esteja ligada às chamadas tecnologias de ponta, nas quais peças e dispositivos oriundos desse material são empregados em componentes utilizados em satélites, aeronaves, helicópteros, implantes ortopédicos, odontológicos biocompatíveis, veículos de Fórmula1, plataformas marítimas, plataformas de petróleo, pontes, telescópios, instrumentos musicais e estruturas inteligentes em geral, a origem desta importante classe de materiais remonta a incontáveis milhares de anos, uma vez que madeiras, ossos e tecidos musculares, são exemplos notáveis, em termos de eficiência estrutural, dos chamados compósitos naturais (HULL et. al., 1996). Nestes materiais também pode-se distinguir uma fase de reforço, normalmente na forma filamentar, e outra aglutinante (a matriz), a qual permite que os esforços transfiram ao longo de todo compósito trabalhando de forma integrada.

A necessidade de se conseguir materiais que, atendessem a uma quantidade maior de características em termos de estrutura e propriedades, gerou a ideia de se unir um ou mais materiais, visando obter novos materiais, com propriedades ainda não exibidas por materiais convencionais (NETO e PARDINI, 2006; HULL & CLYNE, 1996). Surgiram, assim, os materiais compósitos.

Pode-se dizer que os materiais compósitos constituem uma classe de materiais heterogêneos, multifásicos, podendo ser ou não poliméricos, em que as propriedades do conjunto são superiores às de cada componente individual, sendo que um dos componentes, descontínuo, dá a principal resistência ao esforço, e o outro, contínuo, é o meio de transferência desse esforço. A interface entre eles tem influência dominante sobre as suas características. São em geral

empregados como materiais de engenharia, formados por elementos de reforço em grau variável de ordenação, que se distribuem em uma matriz flexível (PLASMET, 2011).

As frações volumétricas e mássicas das fibras devem ser devidamente estudadas, visto que há uma faixa mínima e máxima que irá influenciar no reforço. Geralmente, o aumento do reforço promove as propriedades mecânicas, embora um alto carregamento de reforço possa favorecer a aglomeração de fibras e a baixa dispersão da matriz (SATYANARAYANA, 1984). A orientação das fibras também é outro fator significante nas propriedades mecânicas dos compósitos. Sabe-se que fibras orientadas têm uma resistência à tração ao longo do seu eixo e a transferência de tensão no compósito fabricado é favorecida (FOLKES, 1985).

Um compósito exibe além das propriedades inerentes de cada constituinte, propriedades intermediárias decorrentes da formação de uma região interfacial (CHAWLA, 1987). As fases dos compósitos são chamadas de matriz (que pode ser de três tipos, cerâmica, polimérica e metálica) e a fase dispersa (geralmente fibras ou partículas que servem como carga). A matriz geralmente é um material contínuo que envolve a fase dispersa. As propriedades do compósito é uma junção de fatores como a geometria da fase dispersa, distribuição, orientação e também da compatibilidade interfacial entre os constituintes da mistura (NETO, 2009).

Os compósitos apresentam excepcional inércia química, o que permite sua utilização em uma ampla gama de ambientes agressivos quimicamente. Além disso, aditivos especiais e resinas específicas estão à disposição dos técnicos para solucionar aplicações que requeiram propriedades além das usuais (CHAWLA, 1987).

Umidade, vento, sol, oscilações térmicas tem baixa ação prejudicial sobre os compósitos. E quando características não usuais são requeridas, aditivos como protetores de UV, agentes contra sujeira, resinas especiais são amplamente utilizáveis (MONTEIRO, 2009).

2.1.1. CLASSIFICAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Levy Neto e Pardini (2006) fazem a seguinte definição: Um material compósito é um conjunto de dois ou mais materiais diferentes, combinados em escala macroscópica, para funcionarem como uma unidade, visando obter um conjunto de propriedades que nenhum dos componentes individualmente apresenta.

Segundo Chawla (1993), Callister (2012) e Morozov e Vaziliev (1989) os materiais compósitos também podem ser denominados de materiais compostos, conjugados ou reforçados. Um grande progresso tem sido feito no entendimento e desenvolvimento de materiais avançados, porém persistem desafios tecnológicos que requerem materiais cada vez mais sofisticados e especializados ao mesmo tempo em que surgem desafios econômicos e ambientais.

Os compósitos são materiais que apresentam excelentes propriedades mecânicas, químicas e físicas, quando comparadas com os seus componentes isolados. Estes aspectos despertaram a atenção do meio cientifico, técnico e produtivo. Os principais aspectos norteadores são o alto custo dos materiais chamados convencionais e, no âmbito ambiental, a responsabilidade de aproveitamento de resíduos rurais e industriais (BROUTMAN e KROCK 1967; KRISTINA, 2009).

2.1.2. PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DE COMPÓSITOS

Na fabricação de compósitos, diversos processos são utilizados industrialmente para a obtenção de peças ou estruturas de excelentes propriedades mecânicas e químicas, termicamente estáveis, leves e com formas arrojadas (CAVALCANTI, 2006).

Devido a muitos problemas causados pelas fibras quando da utilização do método de fabricação por injeção, isto é, formação de buchas dificultando o movimento da rosca, entupimento do bico de injeção e outros, tem-se observado uma tendência da mecanização da fabricação de polímeros reforçados em ritmo crescente. São vários os processos de fabricação de compósitos, possibilitando a

obtenção de produtos com propriedades mecânicas distintas que podem ser utilizados em diferentes campos de aplicações (CAVALCANTI, 2006).

Dentre os processos de manufatura dos compósitos à base de resina termofixa, destacam-se: Processo Manual (Hand Lay-up), Moldagem por Spray (Spray-up), Enrolamento de Filamentos (Filament Winding), Moldagem à Vácuo, Moldagem sob Pressão (Pressure-bag), Pultrusão e Moldagem por Compressão (BLASS, 1988).

Ainda de acordo com Blass (1988), na Moldagem por Compressão, utiliza-se molde de duas partes tipo macho-fêmea na fabricação de compósitos. O reforço pode ser utilizado na forma de fibras, mantas ou tecidos, que são alternados com a resina. A impregnação fibra-matriz é feita com ajuda de uma espátula, que também serve para retirar bolhas. O molde é fechado e a cura ocorre enquanto o material está restrito às superfícies das duas partes (macho-fêmea) do molde.

2.1.3. ADESÃO MECÂNICA NA INTERFACE FIBRA/MATRIZ DOS COMPÓSITOS

A força de ligação entre a matriz e a fibra reforçadora é um fator determinante no desempenho de muitos compósitos poliméricos. Compósitos com baixa força de ligação matriz/fibra, falharão às tensões, relativamente baixas, quando ensaiados transversalmente às fibras. Existe uma série de tratamentos feitos na superfície das fibras com a finalidade de se aumentar a força de ligação entre matriz/fibra. O nível de tratamento aplicado na superfície das fibras em um material compósito pode ter um grande efeito sobre sua resistência mecânica (CANTWELL e MORTON 1991I). Estes aspectos relacionados com o desenvolvimento de compósitos com matriz polimérica são de grande relevância para aplicações nos mais diversos setores da engenharia.

A adesão de um material a outro está associada ao estabelecimento de interações que podem ser dos tipos: eletrostáticas, ligações de hidrogênio, ligações covalentes ou forças de Van der Walls. A natureza destas interações está associada à afinidade química entre a matriz e a fase dispersa. Geralmente as fibras naturais (fase dispersa) apresentam natureza hidrofílica enquanto que o polímero (matriz) tem natureza hidrofóbica (NETO, 2009).

2.1.4. FRATURA EM COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS

A ruptura em materiais compósitos pode ser dividida em ruptura intralaminar e ruptura interlaminar. No caso da ruptura intralaminar, pode ser em função do desprendimento da fibra (pullout) (1), ponte de fibras (2), descolamento interfacial fibra/matriz (3), ruptura das fibras (4) e ruptura da matriz (5), ver FIG. 2.1a. A fratura interlaminar, ou delaminação, consiste em um descolamento entre duas camadas contínuas, normalmente ocorre entre camadas com diferentes orientações, este tipo de fratura é muito comum nos materiais de fibras contínuas, ver FIG. 2.1b, (SILVA, 2009), (DE MOURA, 2011).

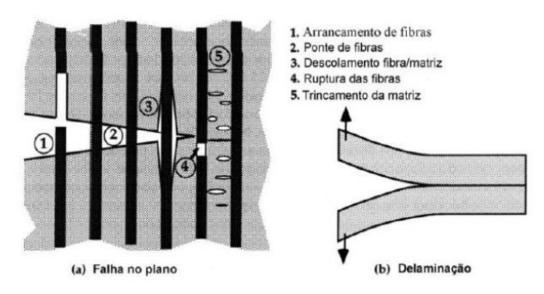


FIG. 2.1: Esquema do mecanismo de ruptura em materiais compósitos (SILVA, 2009).

2.1.5. SEPARAÇÃO ENTRE FIBRA/MATRIZ

A diferença entre desprendimento e separação das fibras/matriz consiste no seguinte, a separação da fibra/matriz ocorre quando a trinca na matriz é incapaz de se propagar através da fibra, ver FIG. 2.1, enquanto o desprendimento de fibra deve-se à falta de capacidade da fenda, iniciada na quebra da fibra, se propagar pela matriz. Os desprendimentos de fibras são geralmente acompanhados pela deformação extensiva da matriz, o que não acontece na separação fibra/matriz. Apesar destes fenômenos, parecerem semelhantes, por se darem na região da interface, estes acontecem mediante condições distintas. No entanto, ambos são

responsáveis por um aumento de energia absorvida durante a fratura (Agarwal e Broutman, 1990).

2.1.6. RUPTURA DAS FIBRAS

De acordo com Agarwal e Broutman (1990), quando a trinca se propaga na direção normal da fibra, estas acabam por se separar, o que conduz à separação completa do laminado. Isso ocorre sobre carregamento de tração, quando a tensão máxima admissível ou deformação da fibra é excedida, ver FIG. 2.1. Apesar das fibras serem responsáveis pela resistência mecânica do material, a fratura das fibras representa uma percentagem de energia muito baixa relativamente à quantidade de energia absorvida pelo material compósito. No entanto, a presença das fibras influencia o modo de escoamento do material e, por conseguinte, a energia total absorvida, após impacto.

2.1.7. RUPTURA DA MATRIZ

Para ocorrer a fratura total do compósito, o material da matriz, que envolve as fibras, deve fraturar completamente, ver FIG. 2.1. As resinas termofixas, tal como as resinas de epóxi e poliéster, são materiais frágeis, e a quantidade de energia absorvida por estas, mediante impacto é praticamente insignificante. Apesar de haver absorção de energia devido à deformação da fratura da matriz, a energia absorvida por deformação plástica é consideravelmente mais elevada (Agarwal e Broutman, 1990).

2.2. COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA

Os materiais compósitos com matriz polimérica consistem em uma resina polimérica como a matriz e mais algum material de reforço. Esses materiais são utilizados na maior diversidade de aplicações dos compósitos, assim como nas maiores quantidades, como conseqüência de suas propriedades à temperatura ambiente, da fabricação e do custo. Além de aliarem uma boa resistência mecânica com boa ductilidade e leveza (CALLISTER & RETHWISCH, 2012).

As matrizes poliméricas, por exemplo, em compósitos poliméricos reforçados por fibras são utilizadas para proteger, alinhar e estabilizar as fibras, bem como para assegurar a transferência de tensão de uma fibra para outra. Em geral, tanto a rigidez quanto a resistência da matriz são inferiores as das fibras reforçadoras (LACH, 1998).

Em termos de matrizes de compósitos, as resinas podem ser termorrígidas, como poliéster e a epóxi, ou termoplásticas. A principal diferença entre elas está no seu comportamento a altas temperaturas. Os termoplásticos são polímeros capazes de serem moldadas várias vezes devido ao fato deles se tornarem fluidos sob a ação da temperatura e depois se solidificarem quando esta diminui (CANTWELL & MORTON, 1991).

As resinas termorrígidas são mais usadas na confecção de compósitos com fibras contínuas por apresentarem maiores vantagens em relação aos termoplásticos, tais como estabilidade térmica, rigidez, estabilidade dimensional e resistência à deformação sob carregamento (CALLISTER & RETHWISCH, 2012).

Nos materiais compósitos, a interface entre fibra e matriz é muito importante, pois a mesma é responsável por diversas propriedades deste novo material. Exemplo disto, quando é baixa a força de ligação entre matriz/fibra, o mesmo poderá falhar tensões relativamente baixas quando ensaiados а transversalmente. Para aumentar a força de ligação entre a matriz/fibra, tem sido realizada uma série de tratamentos nas superfícies das fibras com o objetivo de melhorar a interface. Considera-se que os tratamentos aplicados à superfície das fibras em um material compósito podem ter um grande efeito sobre sua resistência mecânica (CANTWELL & MORTON, 1991). No presente trabalho será utilizado a resina poliéster como matriz do compósito.

2.3. MATRIZ POLIÉSTER

O poliéster constitui em uma família de polímeros de alto peso molecular, resultantes da condensação de ácidos carboxílicos com glicóis, classificando-se como resinas saturadas ou insaturadas, dependendo especificamente dos tipos de ácidos utilizados, que irão caracterizar o tipo de ligação entre os átomos de carbono da cadeia molecular (EMBRAPOL, 2016). São utilizados como resinas

para laminação, moldagem e recobrimentos, para fabricação de fibras, filmes, borrachas e plastificantes (BRYDSON, 1999).

O processo de cura ocorre em duas etapas. Na primeira etapa, a resina líquida transforma-se em um material gelatinoso, etapa designada como "ponto de gel". A segunda fase conduz ao endurecimento final, através de um processo exotérmico. A velocidade reação depende de vários fatores, tais como reatividade da resina, teor de endurecedor e de acelerador e as condições ambientais (DE MOURA, 2011).

As resinas de poliéster insaturado dividem-se em três grandes grupos: Ortoftálicas, de aplicação geral; Isoftálicas, de melhor resistência mecânica e térmica, e são normalmente aplicadas em meios levemente agressivos; e as Bisfenólicas, usadas em meios particularmente agressivos, sobretudo com características ácidas (DE MOURA, 2011).

2.4. FIBRAS NATURAIS LIGNOCELULÓSICAS (FNL)

Em diversos setores da indústria é crescente a tendência de substituição de fibras sintéticas por fibras naturais lignocelulósicas (FNLs), isto se deve ao fato destas apresentarem um custo relativamente baixo, baixa densidade, serem provenientes de fontes renováveis e serem biodegradáveis (EICHHORN *et al*, 2001). Um exemplo de aplicação é na indústria automotiva, a qual vem utilizando diferentes tipos de FNLs na fabricação de alguns componentes internos dos carros; como a Mercedes-Benz que utiliza fibras de banana no modelo Classe A (JOHN & THOMAS, 2008).

De acordo com Bledzki e Gassan (1999) e Faruk *et al* (2012), podem-se classificar as FNLs nos seguintes tipos básicos, conforme sua localização na planta, sendo: fibras de caule, fibras de folhas, fibras de sementes, fibras do núcleo (floema), fibras de grama e cana (trigo, milho e arroz) e os outros tipos (madeira e raízes).

As propriedades físicas de uma fibra dependem de sua estrutura química e cada uma tem seu próprio aspecto quando analisada e submetida ao microscópio, como mostrado na FIG. 2.2 (MONTEIRO et al., 2011).

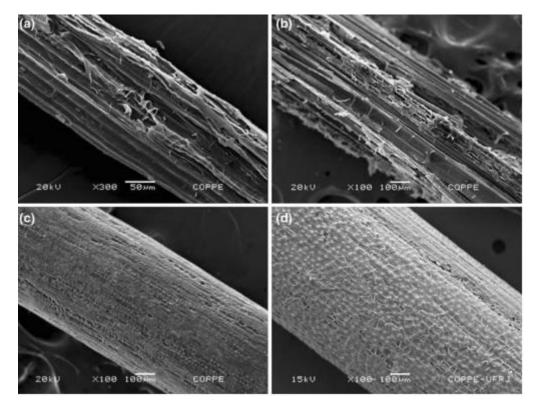


FIG. 2.2: Microscopia eletrônica de varredura da superfície de FNLs: a) sisal, b) bamboo, c) coco e d) piaçava (Fonte: MONTEIRO et al., 2011).

As fibras naturais são bastante heterogêneas, pois dependem do tipo de solo, das condições climáticas, dos fertilizantes utilizados, do tipo de colheita, das folhas, dos frutos ou do caule dos vegetais (JOHN & THOMAS, 2008; MONTEIRO, 2009).

A utilização de recursos naturais não renováveis, além de estarem se tornando escassos, tem agravado os problemas relacionados ao meio ambiente. Uma possível solução seria uma substituição gradativa desses recursos por outros materiais que sejam renováveis. Neste cenário, as FNL têm ganhado importância, por serem ambientalmente corretas e possuírem propriedades adequadas para muitas aplicações (KALIA, 2011; MONTEIRO, 2009).

A utilização de FNLs como cargas ou reforços em compósitos de matriz polimérica (CMP) apresentam vantagens devido à sua flexibilidade quanto ao processamento do compósito (são menos abrasivas para as ferramentas), alta rigidez especifica, baixo custo, neutras em relação à emissão de CO₂, surgindo uma tendência crescente em sua utilização. Devido ao aumento do número de publicações na área, compósitos poliméricos reforçados com FNL têm sido aceitos como materiais de engenharia, havendo uma crescente utilização das

mesmas em aplicações estruturais (FARUK, 2012; KALIA, 2011; MONTEIRO, 2011).

Uma fibra vegetal elementar possui comprimento que varia de 1 a 50 mm e diâmetro entre 10 e 50 µm e são similares a tubos microscópicos, com paredes celulares ao redor do lúmen (cavidade) central. Na FIG. 2.3 é mostrado o arranjo microestrutural das FNL. Tais paredes celulares são formadas por uma matriz de hemicelulose-lignina de composição variável reforçada microfibrilas de celulose semicristalina orientadas de forma helicoidal. As microfibrilas, por sua vez, possuem diâmetro que varia de 10 a 30 nm e são formadas por 30 a 100 moléculas de celulose com conformação de cadeia estendida, que dão resistência mecânica à fibra (KALIA, 2011; JOHN & THOMAS, 2008).

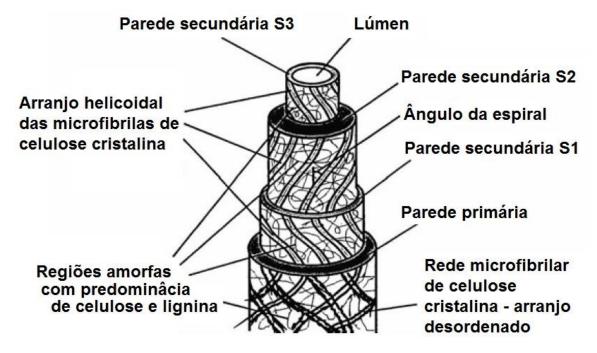


FIG. 2.3: Microestrutura de uma fibra natural lignocelulósica (Adaptado de KALIA et al., 2011).

Segundo Regiani (2000), a celulose se resume em um polímero linear cristalino formado por unidades β -D glicopironases unidas por ligações glicosídicas β -(1 \rightarrow 4), como mostrado na FIG. 2.4. Hemicelulose, que possui estrutura química similar à da celulose, são moléculas complexas, amorfas e de unidades: β -D-xilose, β -D-manose, β -D-glicose, α -L-arabinose, α -D-galactose, ácido β -D-glicurônico ou ácido α -D-4, O-metilglicurônico. Essas unidades são formadas por cadeias de carbono, com um grupo hidroxila ligado a cada átomo de carbono, exceto aqueles que podem estar na forma de carbonila ou em ligação

hemiacetal. Tanto os grupos hidroxila quanto carbonila, são hidrofílicos, absorvem água, o que favorece a solubilidade de hemicelulose.

FIG. 2.4: Estrutura química da celulose (Fonte: Adaptado de MOHANTY et al., 2002).

Lignina é uma macromolécula formada por um sistema aromático, muito reticulado de elevado peso molecular, amorfo, composto de unidades fenilpropano, na FIG. 2.5 é mostrada a estrutura química da lignina (REGIANI, 2000).

FIG. 2.5: Estrutura química da Lignina (Fonte: Adaptado de MOHANTY et al., 2002).

As moléculas de hemicelulose são unidas à celulose por ligações de hidrogênio e agem como cimentante das microfibrilas, formando uma rede de celulose/hemicelulose que é considerada o principal componente estrutural da fibra. A lignina, por sua vez, age como cimentante e aumenta a rigidez do compósito de celulose/hemicelulose. Outros constituintes presentes nas FNL são as pectinas e as graxas (KALIA, 2011).

Os fatores que podem influenciar nas propriedades das FNLs são: composição química, diâmetro, arranjo dos constituintes na fibra (incluindo ângulo

das microfibrilas), grau de polimerização, fração cristalina da celulose, fonte vegetal, parte do organismo vegetal (caule, folha, raiz, semente, entre outras) e condições de crescimento (idade, condições climáticas, processos de degradação). Na TAB. 2.1 são mostradas as propriedades de algumas FNL, em comparação com as fibras de vidro, carbono e aramida. A sua última coluna destaca a resistência específica de cada fibra (FARUK, 2012; MONTEIRO, 2011; THAKUR; 2014).

TAB. 2.1: Propriedades de algumas FNLs em comparação com as fibras sintéticas.

| FNL | Densidade "ρ" (g/cm³) | Resistência à tração "σ" (MPa) | Módulo de Young (GPa) | Máx. σ/ρ (MPa.cm³/g) |
|---|--------------------------|--------------------------------------|-----------------------------|-------------------------|
| Bambu (<i>Bambusa</i> vulgaris) | 1,03-1,21 | 106-204 | - | 493 |
| Banana (<i>Musa</i> sapientum) | 0,67-1,50 | 700-800 | 27-32 | 1194 |
| Linho (<i>Linum</i> usitatissimum) | 1,30-1,50 | 344-1035 | 26-28 | 496 |
| Rami (<i>Boehmeria</i> <i>nivea</i>) | 1,5 | 400-1620 | 61-128 | 1080 |
| Sisal (<i>Agave</i> sisalana) | 1,26-1,50 | 287-913 | 9-28 | 725 |
| Vidro E | 2,50-2,58 | 2000-3450 | 70-73 | 1380 |
| Carbono | 1,78-1,81 | 2500-6350 | 230-400 | 3567 |
| Aramida | 1,44 | 3000-4100 | 63-131 | 2847 |

(Fonte: Adaptado de MONTEIRO, 2011).

2.5. FIBRAS SINTÉTICAS

As fibras sintéticas, são fibras que, geralmente tem valores elevados de resistência e módulo de elasticidade. Alguns exemplos de fibras sintéticas são fibras de carbono, fibras de kevlar, fibras de vidro-A, Vidro-AR, Vidro-C, Vidro-E e Vidro-S (CALLISTER, 2012).

Geralmente estas fibras são de alto custo e, quando inseridas nas matrizes poliméricas, detém propriedades como resistência mecânica, à corrosão, à altas temperaturas, à bases alcalinas, entre outros (CALLISTER, 2012).

2.6. FIBRAS DE FIQUE

O fique (*Furcraea andina*), ilustrada na FIG. 2.6a, pertence à divisão das Angiospermas, classe das Monocotiledôneas, ordem Liliflorae e família Agavaceae (MEDINA, 1959). Originária da Colômbia, sua produção se expandiu para o Equador, Costa Rica, Antilhas e Brasil (GAÑÁN, 2002).

Desde o início do séc. XX, o fique tem ocupado um importante lugar nos setores agrícola e do agronegócio colombianos, sua relevância na economia foi tão grande que lhe foi concedido o título de "Fibra Nacional". No início dos anos 60, com o surgimento de produtos substitutos sintéticos, a fibra nacional foi gradativamente relegada num segundo plano, entretanto, o fique, continuou a ser o motor do desenvolvimento econômico das comunidades rurais e tem por característica fazer parte da cultura e costumes dos indígenas e comunidades camponesas na Colômbia (CASTELLANOS et al., 2009)

As fibras extraídas das folhas duras do arbusto de fique, FIG. 2.6b, também são conhecidos em algumas regiões da Colômbia como *Cabuya*. A extração é realizada por técnica mecânica e, para reforço de compósito de polímero, a fibra fique pode ser usado sem tratamento ou tratada quimicamente de acordo com o tipo de matriz utilizada (GAÑÁN, 2003).



FIG. 2.6: O fique (Furcraea andina): (a) plantas cultivadas e (b) fibras extraídas sendo sacadas. (Fonte: Adaptado de ALTOÉ, 2016).

Poucos estudos mostram o potencial de reforço da fibra de fique abordando a possibilidade de substituição das fibras sintéticas. Na TAB. 2.2 são mostrado os valores das características mecânicas da fibra de fique (ALTOÉ, 2016).

TAB. 2.2: Caracterização macroestrutural e mecânica da fibra de fique.

| Diâmetro | Densidade "ρ" | Resistência à | Módulo de | |
|------------------|---------------|------------------|-------------|--|
| equivalente (mm) | (g/cm³) | tração "σ" (MPa) | Young (GPa) | |
| 0,09 - 0,30 | 0,42 - 1,28 | 80 – 220 | 2,22 - 5,66 | |

(Fonte: Adaptado de ALTOÉ, 2016)

A planta de fique possui um tronco que pode atingir 30 cm de diâmetro com folhas que variam de 0,5 a 2 m de comprimento e 8 a 14 cm de largura, com bordas lisas, dentadas ou serrilhadas. As fibras de fique já secas apresentam um comprimento médio de 63 cm. A planta de fique possui vida que varia de 12 a 20 anos e em alguns casos especiais de 60 a 70 anos. A densidade da fibra de fique apresenta grande variação de forma geral. A densidade média é de 0,68 g/cm³, valor que é relativamente baixo se comparado a outras fibras sintéticas como a fibra de vidro 2,4 g/cm³ (ALTOÉ, 2016).

2.6.1. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA FIBRA DE FIQUE

Para analisar os aspectos microestruturais da fibra de fique, a micrografia eletrônica visa identificar possíveis motivos para a diferença das propriedades mecânicas (TELES, 2015).

2.6.2. VARIAÇÃO DO DIÂMETRO DA FIBRA

A fibra possui um conjunto de fibrilas. Essa fibrilas possuem diferentes diâmetros, logo resistem de forma diferente a um mesmo esforço aplicado na fibra, isso é suficiente para saber que cada fibrila rompe em diferentes momentos do ensaio. Sabendo isso, a fibra não rompe de uma maneira totalmente frágil, logo ela suporta uma quantidade de deformação plástica, esse aspecto é muito importante, pois, pode viabilizar o emprego desta em materiais compósitos para uma ampla gama de aplicações. A FIG. 2.7, mostra a diferença microestrutural

para fibras de fique de diferentes diâmetros (TELES, 2015).

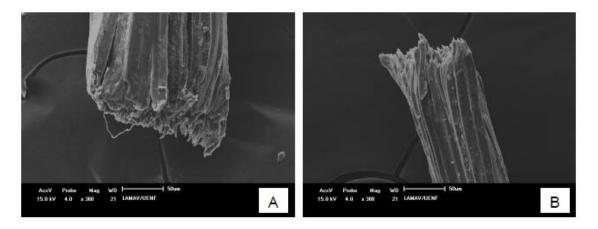


FIG. 2.7: Aspecto da fratura da fibra de fique, x300, 0,18<d<0,21mm (a) 0,21<d<0,24mm (b) (Fonte: Adaptado de TELES, 2015).

2.6.3. VARIAÇÃO DA DENSIDADE DE DEFEITO

Outro fator que também tem interferência direta na resistência mecânica da fibra é a densidade de defeito que essa possui. Aumentando a área, a probabilidade da fibra possuir defeitos também aumenta, como visto na FIG. 2.8. Quando a densidade de defeitos aumenta, são formados novos concentradores de tensão e consequentemente diminui a resistência mecânica. Além disso as fibras mais grossas são compostas de maior número de microfibriflas, essas que possuem diâmetros diferentes rompem de forma heterogênea, diminuindo a tensão total de ruptura (TELES, 2015).

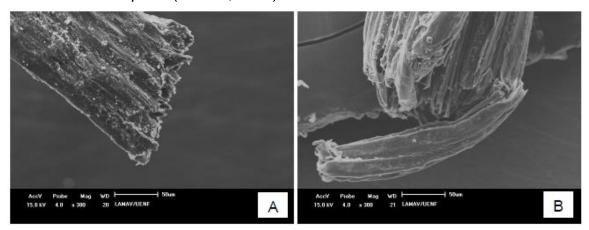


FIG. 2.8: Micrografia da região de tração da fibra de fique, x300, 0,20<d<0,15mm (a) 0,27<d<0,30mm (Fonte: Adaptado de TELES, 2015).

2.6.4. VARIAÇÃO DA POROSIDADE

Na FIG. 2.9, é interessante notar a quantidade de poros que as fibras de maior espessura (FIG. 2.9b) possuem, em comparação a fibra mais fina (FIG. 2.9a). Esses poros são responsáveis pela diminuição da resistência da fibra, pois os mesmo atuam como concentradores de tensão. Além de justificar a diminuição da densidade para fibras de maior diâmetro, já que as mais finas são mais compactas e apresentam menor quantidade de vazios (TELES, 2015).

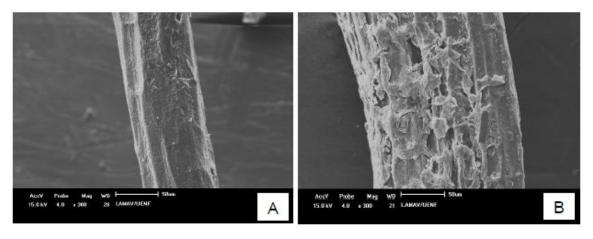


FIG. 2.9: Micrografia da lateral da fibra de fique, x300, 0,12<d<0,15mm (a) 0,27<d<0,30mm (Fonte: Adaptado de TELES, 2015).

2.7. ARRANJO DAS FIBRAS NO TECIDO DE FIQUE

O desenvolvimento de técnicas de fiação e tecelagem das fibras resulta na produção de compósitos com propriedades mecânicas superiores. Os tecidos são produzidos pelo entrelaçamento dos fios de trama (0º) com os fios de urdume (90º), em um arranjo regular. A integridade do tecido é mantida pelo encadeamento mecânico das fibras (JOHN & THOMAS, 2008). Os principais tipos de trama são mostrados na FIG. 2.10.

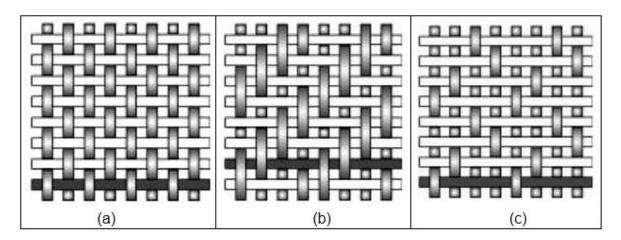


FIG. 2.10: Diferentes arranjos de fibras em tecido: (a) básico ou simples; (b) sarja; (c) cetim (Fonte: Adaptado de JOHN & THOMAS, 2008).

No tecido simples (FIG. 2.10a), cada fio de trama passa alternadamente por cima e por baixo do fio de urdume, resultando em simetria e boa estabilidade, com porosidade razoável. No tecido do tipo sarja (FIG. 2.10b), um ou mais fios de trama passam alternativamente por cima e por baixo de dois fios de urdume, formando um efeito visual de "escada" (diagonal). O tecido de cetim (FIG. 2.10c) é fundamentalmente um tecido de sarja modificado para produzir menos interseções entre os fios de trama e de urdume.

No presente trabalho, foi selecionado o tecido de trama simples (FIG. 2.10a), pois este é facilmente encontrado em ambientes comerciais.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. FIBRA E TECIDO DE FIQUE

No presente trabalho foi utilizado fibras de fique com configurações: fibra e tecido; e foram fornecidas diretamente da Colômbia. Na FIG. 3.1 são mostradas as configurações das fibras de fique e do tecido de fique.

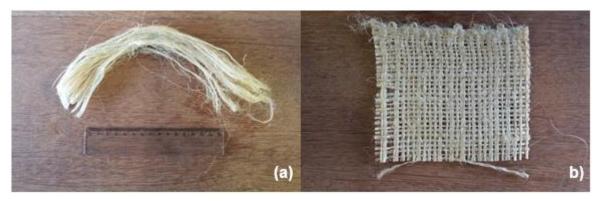


FIG. 3.1: Fibras de fique: (a) fibras separadas; (b) tecido com trama simples (entremeado ortogonal e alternado).

3.2. RESINA POLIÉSTER

A matriz polimérica utilizada nos compósitos será a resina poliéster Cristal, fornecida pela empresa RESINPOXY. Segundo o fornecedor, consiste de uma resina Isoftálica, que deve ser misturada ao endurecedor na proporção de 3% em peso. É de fácil manuseio, de cura rápida e em temperatura ambiente.

3.3. ENSAIO DE IMPACTO DE CHARPY E IZOD DE TECIDO DE FIQUE

Os compósitos de 0, 10, 20 e 30% de tecido de fique foram fabricados através da acomodação das fibras em molde retangular de 152 x 122 x 10 mm e embebidas com a matriz polimérica preenchendo o molde até a fração de peso desejada, obtendo-se placas que foram cortadas como corpos de prova. As placas de cada compósito foram então cortadas em barras medindo 120 x 12 x 10 mm que serviram como base para confecção de 9 corpos de prova de ensaio de

impacto Charpy, e com medidas de 62 x 12 x 10 mm para o ensaio Izod, de acordo com a norma ASTM D256, conforme esquema na FIG. 3.2.

O corpo de prova Charpy é apoiado na máquina e o Izod é engastado, o que justifica seu maior comprimento. A única diferença entre o ensaio Charpy e o Izod é que no Charpy o golpe é desferido na face oposta ao entalhe e no Izod é desferido no mesmo lado do entalhe.

Tanto o ensaio de Charpy quanto o ensaio de Izod foram realizados para a confecção do entalhe com 2,54 mm de profundidade e ângulo de 45° exigidos pela norma. Utilizará um entalhador manual fornecido pela própria fabricante do pendulo PANTEC 25J do laboratório de Fibras Naturais do Instituto Militar de Engenharia. Os corpos de prova foram ensaiados em um pendulo da mesma.



FIG. 3.2: Pendulo instrumentado PANTEC.

3.4. ANÁLISES TÉRMICAS

As análises térmicas envolvem uma série de técnicas que acompanham mudanças nas propriedades físicas ou químicas de materiais em função da temperatura. A análise térmica tem sido usada como uma ferramenta de controle de qualidade em três principais áreas: caracterização, processamento (otimização e monitoramento) e desenvolvimento de materiais.

3.4.1. TGA/DTG E DSC

O comportamento térmico das fibras de fique foram feitas a partir da separação de 3 diferentes intervalos distintos de frações volumétricas de fibra. Pequenas partículas com 2 mg em peso, correspondendo a aproximadamente 1 mm de espessura e 0,6 mm de raio foram retiradas da corpo retangular e usado para cada uma das amostras. Para a confecção dos corpos de prova foram utilizadas as resinas poliéster.

Foi utilizado o equipamento da TA Instruments Systems TGAQ500 (FIG. 3.3) para as análises termogravimétricas (TGA/DTG). Parâmetros utilizados: taxa de aquecimento de 10°C/min, partindo da temperatura ambiente até 650°C, em atmosferas de nitrogênio e oxigênio, com três repetições.



FIG. 3.3: Equipamento de ensaio para TGA.

Os ensaios de DSC foram realizados no equipamento de DSC da NETZSCH modelo DSC 404 F1 (FIG. 3.4). Os parâmetros de ensaio usados foram os seguintes: a temperatura máxima dos ensaios variou ente -50°C e 200 °C. Taxa de aquecimento de 10°C/min, em atmosferas de nitrogênio.



FIG. 3.4: Equipamento de ensaio para DSC.

3.4.2. ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA (DMA)

Para análise de DMA foram preparados corpos de prova retangulares de tecido e fibras alinhas de fique com resina poliéster, medindo 50x13x5 milímetros foram fabricados para as análises (FIG. 3.5).

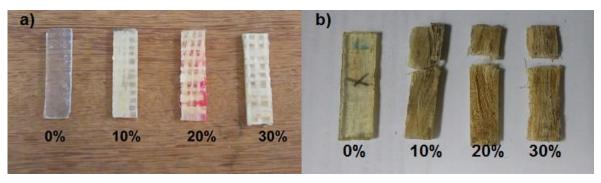


FIG. 3.5: Espécimes DMA de compósitos de matriz poliéster incorporada com fração de volume diferentes de tecido de fique (a) e fibras alinhadas de fique (b);

Cada amostra foi submetida a análise dinânico-mecânico em um equipamento de DMA TA Instruments modelo operacional Q/800, em um modo de flexão de três pontos na 1 Hz de freqüência e taxa de aquecimento de 3°C/min sob atmosfera de nitrogênio. As curvas do módulo de armazenamento, E', módulo de perda, E", e tan δ , foram fornecidas pelo equipamento.



FIG. 3.6: Equipamento de DMA.

3.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As fibras de fique foram analisadas por MEV antes e após os ensaios, foram fixadas em um suporte metálico com fita de carbono e em seguida metalizadas com ouro para análise microscópica, com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI JSM-5800LV (FIG. 3.5), utilizando elétrons secundários.



FIG. 3.7: Microscópio eletrônico de varredura JSM-5800LV.

4. RESULTADO E DISCUSSÃO

4.1. ENSAIOS DE IMPACTO DE CHARPY

A TAB. 4.1 mostra os resultados dos testes de impacto Charpy dos compósitos de matriz poliéster reforçados com diferentes frações em peso de tecido de fique.

TAB. 4.1: Energia de impacto Charpy para compósitos de poliéster reforçados com tecido de fique.

| Fração de Volumes de Fibra de Fique (%) | Energia de Impacto Charpy (J/m) | |
|--|------------------------------------|--|
| 0 | 23,8 ± 1.2 | |
| 10 | $109,44 \pm 49.86$ | |
| 20 | $203,22 \pm 43.55$ | |
| 30 | 293,11 ± 78.14 | |

Baseado nos resultados mostrados na TAB. 4.1, a variação da energia de impacto Charpy com a quantidade de tecido de fique no compósito de poliéster é mostrado na FIG. 4.1.

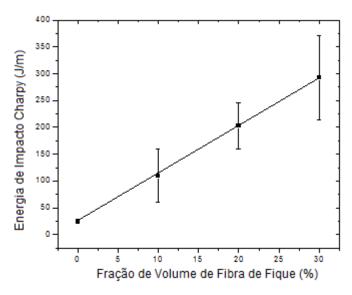


FIG. 4.1: Energia de impacto Charpy em função das diferentes frações em peso de tecido de fique.

No gráfico nota-se que a incorporação do tecido de fique na matriz de poliéster melhora significativamente a resistência ao impacto do compósito. Dentro do desvio padrão, a melhoria apresenta um comportamento linear em relação à quantidade de fibra. A dispersão de valores relativamente elevados, como observado no compósito de 30%, dado pelo desvio padrão associado com os pontos de maior porcentagem de fibras na figura 47, é uma característica bem conhecida das fibras lignocelulósicas (MOHANTY et al, 2000).

A FIG. 4.2 apresenta o aspecto macroscópico dos corpos de prova, com diferentes frações em peso de fique, após terem sido rompidos por impacto Charpy.

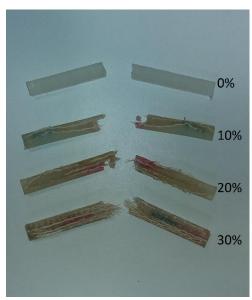


FIG. 4.2: Aspecto dos corpos de prova rompidos por impacto Charpy.

Observa-se que até 20% os corpos de prova foram totalmente separados após o impacto. As pontas de fibra de fique que se destacam para os compósitos de 20 e 30% evidenciam o papel de reforço destas fibras no impacto. Como nem todos os corpos de prova de 30% romperam após o impacto com o martelo Charpy de 11J, estes resultados não podem ser comparados com os resultados dos corpos de prova que são totalmente rompidos em duas partes após o impacto.

Verifica-se também na FIG. 4.2 que em todas as amostras a ruptura ocorre no entalhe e que a incorporação das fibras de fique resulta em uma mudança acentuada em relação ao poliéster puro, sendo que com 10% de fibras, a ruptura não é completamente transversal. Isso indica que as trincas iniciadas no entalhe

se propagam transversalmente através da matriz de poliéster, e quando a trinca atinge uma fibra, a ruptura irá prosseguir através da interface.

A análise das micrografias da fratura de impacto Charpy permitiu ter uma melhor compreensão do mecanismo responsável pela dureza de compósitos de poliéster reforçado com tecido de fique. A FIG. 4.3 mostra o aspecto da superfície de fratura de corpo de prova de poliéster puro (0% de fibra) e os corpos de prova com 10, 20 e 30% de tecido de fique.

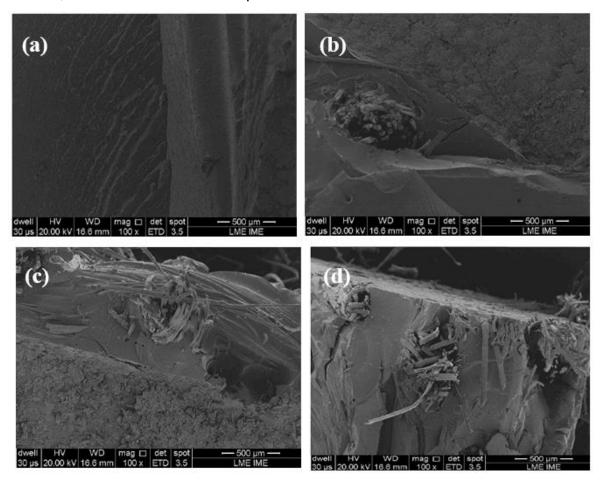


FIG. 4.3: Superfície de fratura de impacto Charpy da amostra de poliéster puro (a) e compósito de poliéster reforçado com 10% (b), 20% (c) e 30% de tecido de fique (d).

A superfície de fratura uniforme (FIG. 4.3b) indica que a ruptura é causada pela propagação de uma única rachadura, sendo observada a propagação da trinca típica na superfície lisa e frágil. A FIG. 4.3d apresenta detalhes da superfície de fratura de um compósito de poliéster com 30% de fibra de fique. Observa-se que algumas fibras foram separadas da matriz e outras foram quebradas durante o impacto, e as trincas se propagam na interface fibra/matriz. Isso também é observado na FIG. 4.3b de 10% e FIG. 4.3c de 20%. As fibras de

fique agem como reforço para o compósito, justificando o aumento da energia absorvida a medida que se aumenta a quantidade de fibras de fique (CROCKER, 2008).

4.2. ENSAIOS DE IMPACTO DE IZOD

Os resultados obtidos nos testes de impacto Izod de compósitos de poliéster reforçado com tecido de fique, com frações de volume diferentes são apresentados na TAB. 4.2.

TAB. 4.2: Energia de impacto Izod para compósitos de poliéster reforçados com tecido de fique.

| Fração de Volumes de Fibra de Fique (%) | Energia de Impacto Izod (J/m) | |
|--|----------------------------------|--|
| 0 | 23,8 ± 1.2 | |
| 10 | $77,87 \pm 33,08$ | |
| 20 | $179,62 \pm 31,27$ | |
| 30 | $260{,}75 \pm 75{,}62$ | |

Com base nos resultados apresentados na TAB. 4.2, a variação da energia de impacto de Izod com a quantidade de tecido de fique no compósito de poliéster é mostrado na FIG. 4.4.

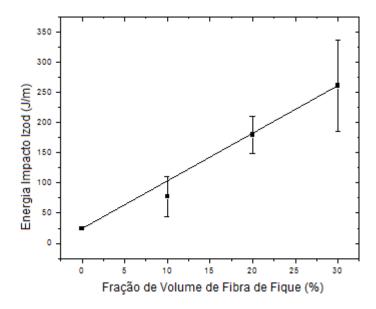


FIG. 4.4: Energia de impacto de Izod em função da fração de tecido de fique.

Nesta figura note-se que o tecido de fique incorporado na matriz poliéster aumenta a energia de impacto Izod de uma forma linear com a fração de volume de tecido de fique. A relativamente elevada dispersão de valores, dado pelo desvio padrão associado à maior pontos percentuais de fibra na FIG. 4.4, é uma característica heterogênea bem conhecido das fibras lignocelulósicas (MOHANTY, 2001).

A resistência baixa da interface entre hidrofílica da fibra natural e uma matriz de polímero hidrofóbico contribui para uma transferência de carga relativamente ineficaz. Isto resulta em relativamente maior energia de superfície de fratura impacto necessário para a ruptura. Os aspectos macroscópicos do espécime típico rompidos por testes de impacto Izod são mostrados na FIG. 4.5.



FIG. 4.5: Típicas fraturas de corpos de provas por testes de impacto Izod.

A análise por MEV da fratura impacto Izod permitiu para ter uma melhor compreensão do mecanismo responsável pela maior tenacidade de compósitos de poliéster reforçado com tecido de fique. A FIG. 4.6 apresenta os detalhes da superfície de fratura de um impacto de compósitos de poliéster puro e de amostra com 10, 20 e 30% de tecidos de fique. A micrografia mostra uma eficaz adesão obtida entre as fibras e a matriz de poliéster, onde rachaduras propagam preferencialmente. Foram algumas das fibras sacadas a partir da matriz e outros foram quebrados durante o impacto. Por outro lado, a parte da amostra em que a

ruptura ocorreu preferencialmente longitudinalmente através da interface fibra/matriz, que implica maior parte da área da fratura está associada com a superfície da fibra.

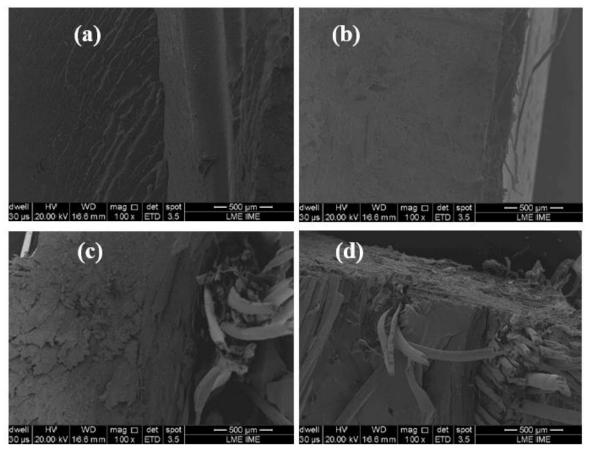


FIG. 4.6: Superfície de fratura de impacto Izod da amostra de poliéster puro (a) e compósito de poliéster reforçado com 10% (b), 20% (c) e 30% de tecido de fique (d).

Este comportamento corrobora com o mecanismo de ruptura que fissuras propagadas preferencialmente entre as fibras de fique e de superfície da matriz de poliéster devido à baixa tensão interfacial. A área de fratura associado com fibras de fique que atuam como reforço para o compósito, justifica a maior energia de impacto absorvido com aumento crescente quantidade de fibras de fique.

4.3. ANÁLISES TÉRMICAS

4.3.1. TGA E DSC DA FIBRA DE FIQUE

A estabilidade térmica das fibras de fique é medida por perda de massa por TGA realizada com o aumento da temperatura, apresentado na FIG. 4.7. Nota-se que depois de uma pequena queda inicial da massa entre 25 e 80°C, esta redução é geralmente atribuída à liberação de água relacionada com a umidade absorvida na superfície de uma estrutura lignocelulósica hidrofílica (WIELAGE, 1999).

Após o primeiro passo constante, há uma grande redução de massa, em que a temperatura aproximada ocorre acerca 290,9°C, sob uma atmosfera de O₂. Esta acentuada diminuição pode estar associada à decomposição da estrutura de fibra de fique, devido à ruptura das cadeias macromoleculares. Com o aumento da temperatura, há uma segunda etapa na curva de TGA (FIG. 4.7) ainda um limite de 695,8°C conjunto para análise. A intercepção da extensão horizontal constante da primeira fase com a linha reta, no ponto de inflexão, correspondente à redução acentuada dá o início da estrutura de decomposição. Como mostrado na FIG. 4.7, isto ocorre a temperaturas de início do próximo relativamente de 290,9°C.

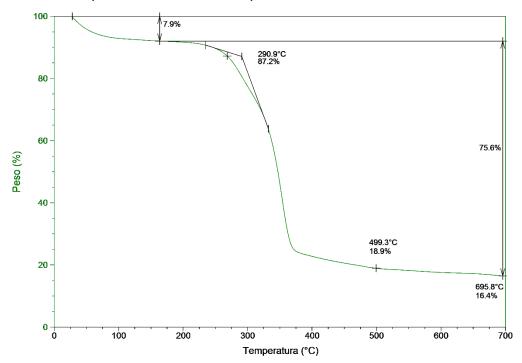


FIG. 4.7: Curva de TGA para a fibra de fique.

Levando-se em conta a variação da perda de massa com a temperatura nas curvas de TGA, suavizar uma perda de cerca de 8% ocorreram até 200°C. Em seguida, a maior perda de cerca de 68,3% ocorreram de 200 a 400°C. Depois disso, uma perda contínua cerca de 81% tem lugar a partir de 400 até 695°C, quando menos de 17% da massa aparentemente permaneceu inalterada. Isto é possivelmente devido a cinzas resultantes de reações de oxidação. A dependência da temperatura do DTG, ou seja, a derivada das curvas de TGA forneceu informações adicionais sobre possíveis eventos responsáveis pelos estágios distintos de perda de massa das fibras de fique.

Curva de TGA da FIG. 4.7 mostra os níveis importantes de perda de massa associada com eventos para a degradação térmica da fibra de fique. A primeira pequena queda de massa devido à perda de umidade absorvida é relativamente estreita, 8%. Este resultado, juntamente com as temperaturas de decomposição início perto, a FIG. 4.7 indica que a versão inicial da umidade não é afetada pela atmosfera existente. Por outro lado, as diferenças sensíveis na perda de massa durante a estrutura de decomposição, de 68,3%, juntamente com diferenças correspondentes significativas entre as temperaturas de decomposição, a FIG. 4.8 a seguir têm um efeito da atmosfera. Isto foi melhor compreendido em conjunto com as curvas de DTG.

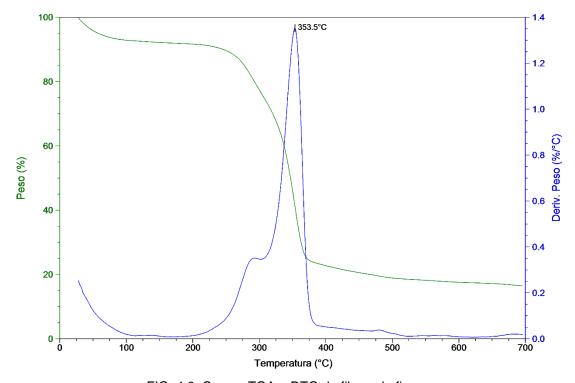


FIG. 4.8: Curvas TGA e DTG de fibras de fique.

A FIG. 4.8 mostra as curvas de DTG para a fibra de fique. De fato, o carbono e o hidrogênio que constituem a estrutura da fibra lignocelulósica de fique devem reagir com o oxigênio de libertação de CO, CO₂ e H₂O. Além disso, outros elementos na estrutura livre, como Ca, K, Na, Fe, etc., com a O₂ também podem reagir para formar óxidos associados com cinzas inertes.

Uma característica da FIG. 4.8 é a existência de pequenos picos durante O₂ atmosfera. Este é, aparentemente, uma indicação de uma outra perda efetiva de massa que ocorre em temperaturas mais altas do que aquela associada com os primeiros picos. De fato, a existência de dois picos na curva de DTG de fibra natural e do seu compósito de polímero foi relatada como em intervalos de temperatura. O pico de temperatura mais baixa foi atribuída à decomposição dos segmentos moleculares mais rígidos, enquanto o pico de temperatura mais alta estaria relacionada com a decomposição dos segmentos mais resistentes (MOTHE et al, 2002).

A FIG. 4.9 mostra a curva de DSC para a fibra de fique. Nesta figura, a curva [1,5] refere-se a primeira estágio e aquecimento e [1,10] refere-se ao segundo estágio de aquecimento. Observa-se que na faixa de temperatura entre 40 a 90°C presença de eventos endotérmicos vinculados ao aquecimento e evaporação da água presente na fibra.

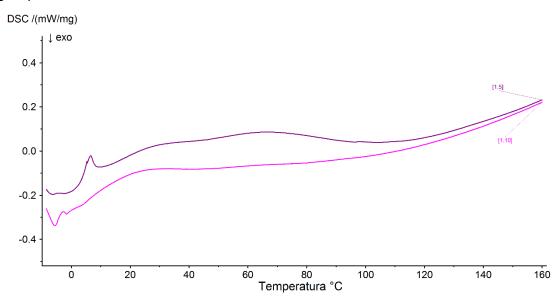


FIG. 4.9: Curva de DSC para a fibra de fique.

4.3.2. TGA/DTG DO FIQUE EM MATRIZ POLIÉSTER

A FIG. 4.10 mostra as curvas de poliéster puro obtido após um dia de cura. Nesta figura, é possível ver que a curva TGA/DTG apresenta uma diminuição menos de 14% de perda de massa, na primeira fase até 330°C. Isto é seguido por uma segunda fase de até 425°C acerca em associação com a maior perda de massa, acima de 94,62% do massa da amostra total.

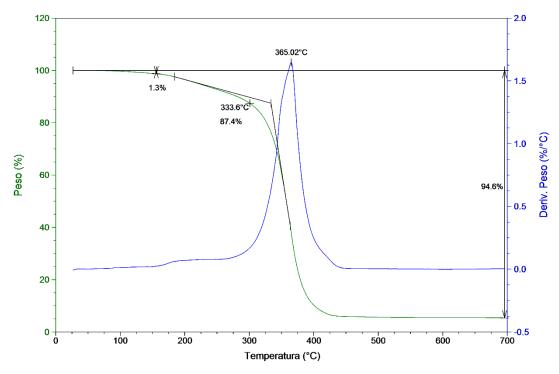


FIG. 4.10: As curvas TGA/DTG do poliéster puro.

A temperaturas ainda mais elevadas, 425-800°C, uma terceira etapa, muito lentamente em declínio com a perda de massa correspondente a 5,4% da amostra, é observada na FIG. 4.10. A curva DTG mostra apenas um pico simétrico e uniforme relacionada a uma taxa máxima de perda de massa em 365,02°C. Tal pico bem definido é típico de resinas poliméricas puras que também estão associados com uma pequena quantidade de resíduos de temperatura relativamente elevada. Em polímeros puros, este pico único DTG está relacionada com o principal mecanismo de decomposição térmica de macromoléculas cadeia degradação ou despolimerização.

Os parâmetros termogravimétricas obtidos das curvas de TGA/DTG do poliéster e dos compósitos de 10, 20 e 30% de fibra de fique são apresentados na TAB. 4.3.

TAB. 4.3: Parâmetros termogravimétricos da fibra, do poliéster e dos compósitos com até 30% em volume de fibras de fique.

| Volume de fibra | Início do segundo estágio (°C) | Pico ombro do segundo estágio (°C) | Pico do segundo estágio (°C) | Resíduo final (%) |
|-----------------|--------------------------------------|--|------------------------------------|----------------------|
| Fibra | 290,0 | 292,1 | 353,5 | 16,4 |
| 0% | 333,6 | - | 365,0 | 5,4 |
| 10% | 331,3 | 363,3 | 370,9 | 4,6 |
| 20% | 318,5 | 371,5 | 355,1 | 7,3 |
| 30% | 317,4 | 373,6 | 358,5 | 6,8 |

Da FIG. 4.11 a 4.13 são mostradas as curvas de TGA/DTG para os compósitos com matriz de poliéster reforçado com 10, 20 e 30% em volume de fibras de fique, respectivamente. Os principais parâmetros obtidos a partir termogravimétricas dessas curvas são apresentados na TAB. 4.3. Os resultados apresentados na FIG. 4.11 a 4.13, em conjunto com os valores da TAB. 4.3 revelam diferenças sensíveis no que toca a resultados correspondentes na FIG. 4.10 para o poliéster, que serve como matriz composta. Diferente do que o poliéster puro, o primeiro estágio nos compósitos, até 330°C, apresenta pequenos picos entre 90 e 100°C, em associação com um aumento significativo de perda de massa passou de 2,2 para 2,8 com a quantidade de fibra de fique. Estes picos iniciais em temperaturas mais baixas são características naturais de fibra de compósitos poliméricos reforçados e atribuído à liberação de água adsorvida na superfície de todas as fibras lignocelulósicas. Embora pequena, estes picos iniciais poderia ser considerado como um primeiro limite para a estabilidade térmica de compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas, particularmente os de fibra de fique em matriz de poliéster.

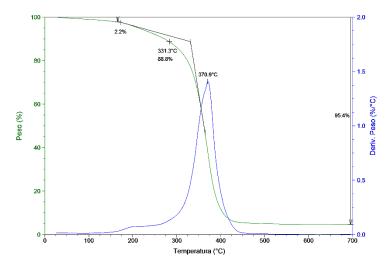


FIG. 4.11: Curvas TGA/DTG de poliéster reforçados com 10% em volume de fibras de fique.

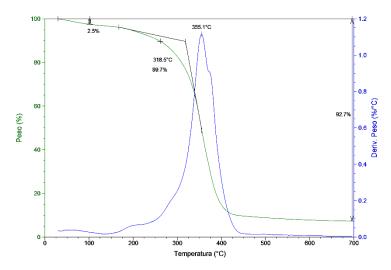


FIG. 4.12: Curvas TGA/DTG de poliéster reforçados com 20% em volume de fibras de fique.

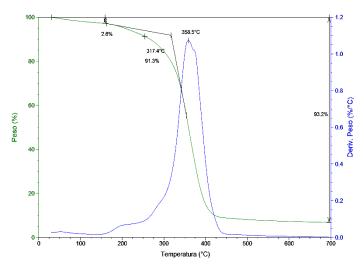


FIG. 4.13: Curvas TGA/DTG de poliéster reforçados com 30% em volume de fibras de fique.

Outra diferença relevante entre o poliéster puro e os compósitos refere-se ao início da segunda etapa TG associado à maior perda de massa, até cerca de 425°C. Conforme apresentado na TAB 4.3, este aparecimento de poliéster puro ocorre a 333°C, é opaco uma temperatura acima aqueles sensivelmente, 317-331°C, para os compósitos. Comportamento semelhante foi relatado por Mohanty et al (2006) para compósitos de matriz de polietileno reforçado com fibras naturais. A razão para esta redução da temperatura de início da segunda fase, que é tecnicamente aceite como o limite de compósito de estabilidade, é atribuída ao processo de decomposição térmica de fibras de figue. Na verdade, como qualquer fibra lignocelulósica, a fibra de fique começa a sua decomposição térmica pela a lignina, a temperaturas tão baixas como 220°C (NGUYEN et al, 1981). Em cerca de 300-400°C, esta decomposição é maximizada. Em seguida, é a fibra de fique sugere que a degradação da lignina seja responsável pelo limite de estabilidade térmica composta. Em outras palavras, o limite de fibra de fique estabilidade compósitos do poliéster deve ser dada pela temperatura de início da segunda fase TG, conforme listado na TAB 4.3.

A fibra de fique isolada tem o início da decomposição térmica ocorrendo à 290°C devido à degradação da lignina e hemicelulose. Além disso, ainda segundo os autores os principais picos em torno de 350°C que foram atribuídos à degradação da celulose. Estes resultados anteriores mostraram que a fibra de fique isolada é menos resistente do que termicamente ambos os compósitos (317-331°C) de poliéster e relacionados apresentados na TAB. 4.3.

Outro aspecto importante da termogravimétrica compósitos mostrado na FIG. 4.11 a 4.13 de vale discutir a existência de picos de ombro nas curvas de DTG. Estes picos de ombro são observados em outros compósitos de fibra de lignocelulósicos (FERREIRA et al, 2010) e atribuiu à degradação das fibras componentes especialmente as hemiceluloses e celulose (GAÑAN e MONDRAGOM, 2003). Um pico principal DTG observado é não só para o poliéster puro a 365°C na FIG. 4.10, mas também a temperaturas mais elevadas 358-370°C para os materiais compósitos na FIG. 4.11 a 4.13. Este principal pico de poliéster associada com a decomposição, aparentemente é afetada pela presença de fibras de fique. Propõe-se que as macromoléculas de fibra de

celulose não interajam com as do poliéster e não aumentam a estabilidade térmica do compósito.

Como um último ponto a ser tratado, a introdução de fibras de fique, como apresentado na TAB. 4.3, o aumento da quantidade de resíduo de alta temperatura, de 5,4% em poliéster puro, FIG. 4.10, a 6-8% em compósitos, FIG. 4.11 a FIG. 4.13. Isto pode ser atribuído para a participação de matéria carboniza e alcatrão/char, predominantemente formado no processo de pirólise da fibra de fique. Isto resulta também em menor perda de massa na segunda fase dos compósitos termo-gravimétrico.

4.3.3. DSC DO FIQUE EM MATRIZ POLIÉSTER

As análises efetuadas por calorimetria exploratória diferencial da matriz e dos compósitos, representadas nas FIG. 4.14 a 4.17. Destaca-se que a marcação [1,5] é para o primeiro estágio de aquecimento e [1,10] para o segunda estágio de aquecimento.

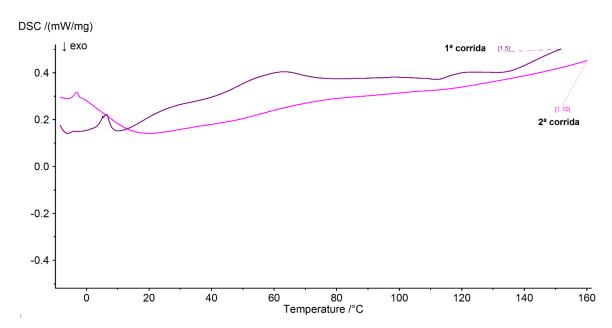


FIG. 4.14: Curva de DSC para poliéster puro.

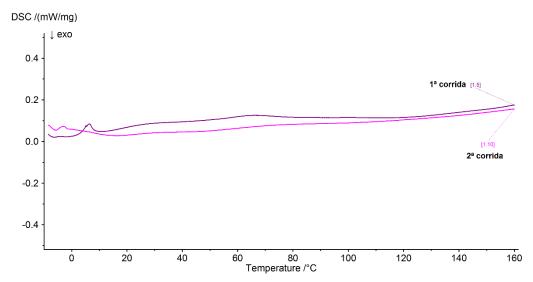


FIG. 4.15: Curva de DSC para 10% de fibra de fique.

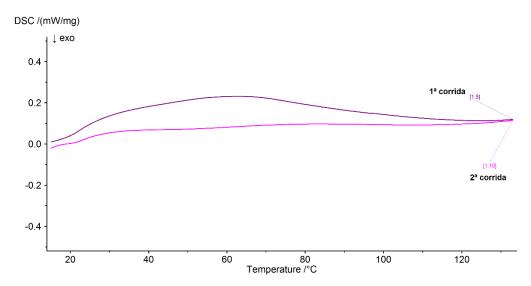


FIG. 4.16: Curva de DSC para 20% de fibra de fique.

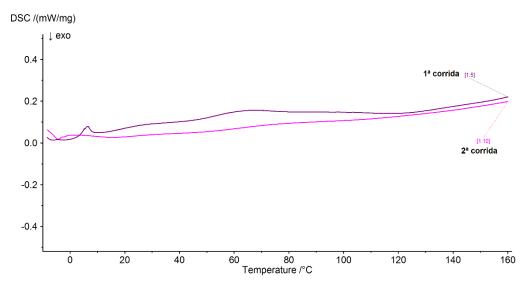


FIG. 4.17: Curva de DSC para 30% de fibra de fique.

As análises efetuadas por DSC da matriz e dos compósitos evidenciaram muito limitadamente a presença de picos endotérmicos ocorridos no DTG devido a precaução de gerar poluentes contaminantes no forno quando adquirido altas temperaturas. Com isso, resultou em uma aquecimento de até 200°C.

Para o poliéster puro, a FIG. 4.14 mostra um aumento endotérmico na faixa de temperatura em 60 a 70°C. Isso ocorre devido a faixa de temperatura da transição vítrea do poliéster que é aproximadamente 69°C (CALLISTER, 2012).

Com a adição da fibra de fique na matriz poliéster, representado nas FIG. 4.15 a 4.17, ocorre uma diminuição dessa curva característica da transição vítrea do poliéster. Isso ocasiona devido que as fibras fazem que o poliéster se estabeleça morfologicamente por temperaturas maiores.

4.3.4. DMA DO FIQUE EM MATRIZ POLIÉSTER

Tecido de Fique

Comparando-se os resultados das FIG. 4.18, 4.19, 4.20 e 4.21 vê-se que a incorporação de tecido de fique na matriz poliéster, provoca modificações significativas ao comportamento DMA dos compósitos (SILVA, 2009). Em princípio, o módulo de armazenamento e picos tan δ são substancialmente aumentada com um pequeno deslocamento para temperaturas mais elevadas. Por contraste, o módulo de perda diminuição da amplitude, mas a sua posição é deslocada para temperaturas mais elevadas, com a incorporação de fibras de fique no compósito.

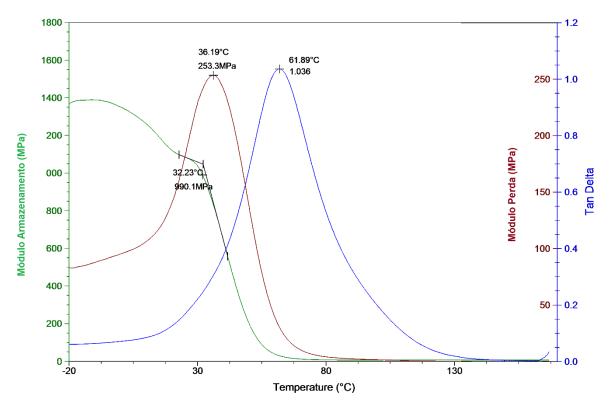


FIG. 4.18: Curvas de DMA para poliéster puro.

Isso deve-se observar a incorporação de tecido de fique como esperado sensivelmente o aumento do valor de E'. Um aumento efetivo, sendo mais para os 10% de fibra de fique. Na verdade, a 32°C, E'= 990MPa para o poliéster puro (0% de fibra) levanta a 1331MPa para 10% de fibra de fique. A razão pela qual o tecido composta de 20% e 30% tem menor E' pode ser atribuída à imperfeição: tais como poros, devido à dificuldade no processamento de um composto com uma quantidade maior de fibras relativamente dentro de uma matriz polimérica (OKUBO, 2005). Condição semelhante ocorreu para o E" e curvas tan δ .

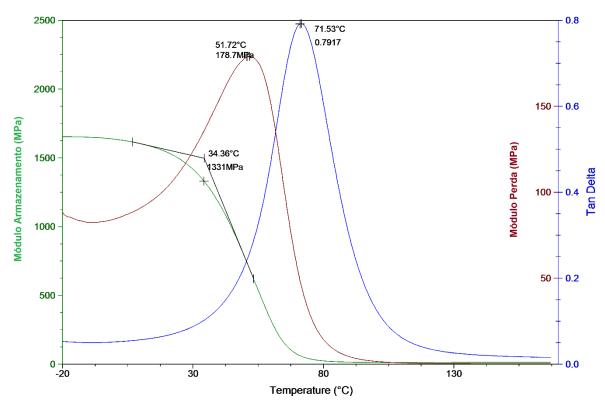


FIG. 4.19: Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados com o volume de 10% de tecido de fique.

Os gráficos mostram a dependência de temperatura da Tan Delta, para o poliéster puro (0% de fibras) e os compostos investigados distintas, 10, 20 e 30%. As curvas nas FIG. 4.19, 4.20 e 4.21 revelam uma das impressões substanciais também em diminuir em amplitude com a incorporação de fibra de fique. A temperatura para os picos é aparentemente a mesma para todos os compósitos investigada com valores em torno de 70°C. Segundo Mohanty et al (2006) esses picos, são conhecidos como os picos α de relaxamento estrutural. A introdução de uma fibra lignocelulósica afeta esse relaxamento por interferir com a mobilidade da cadeia da matriz polimérica. Mohanty et al, 2006, também poderia relacionar com uma temperatura de transição vítrea da matriz polimérica.

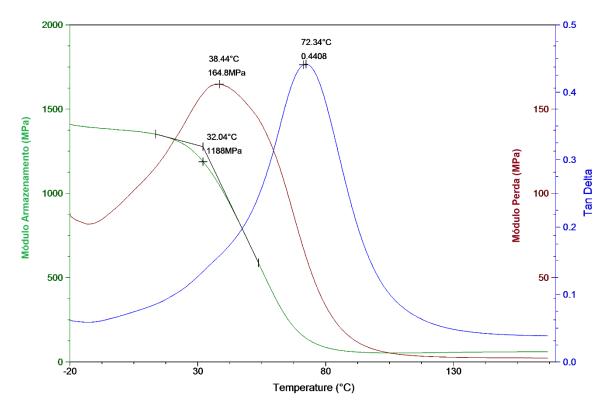


FIG. 4.20: Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados com o volume de 20% de tecido de figue.

As FIG. 4.19, 4.20 e 4.21 mostram a variação também como módulo de perda para o poliéster puro (0% de fibras) e os compósitos com infusão de fique como uma função da temperatura. O principal aspecto a ser observado é a existência de picos característicos localizados a uma temperatura, que pode ser atribuído ao limite superior da temperatura de transição vítrea, Tg. Para a amostra de poliéster puro (0% de fibra), tem uma amplitude significativamente inferiores aos dos compósitos de fibra de fique. Além disso, a sua temperatura de cerca de 36°C, é menor do que para esses compósitos de fibras de fique no intervalo de 38 a 51°C. Este resultado sugere que a incorporação de fibra de fique aumentar a mobilidade das cadeias poliéster. Como consequência da transição do vidro para o estado de borracha pode ocorrer à temperatura mais elevada.

Uma situação semelhante foi encontrado para compósitos incorporados com fibras de rami (FERREIRA, 2010). Neste caso, a resistência da fibra/matriz interfacial poderia desempenhar um papel na explicação do presente comportamento. São as fibras de fique propôs que possuem uma fraca adesão à

matriz poliéster suas macromoléculas permitindo a ter maior mobilidade perto das superfícies de fibra.

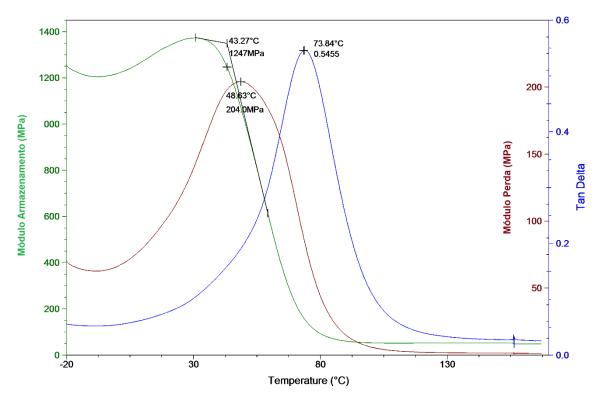


FIG. 4.21: Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados com o volume de 30% de tecido de fique.

• Fibras Alinhadas de Fique

As FIG. 4.22, 4.23 e 4.24 mostram o resultado do DMA dos compósitos de fibras alinhadas de fique.

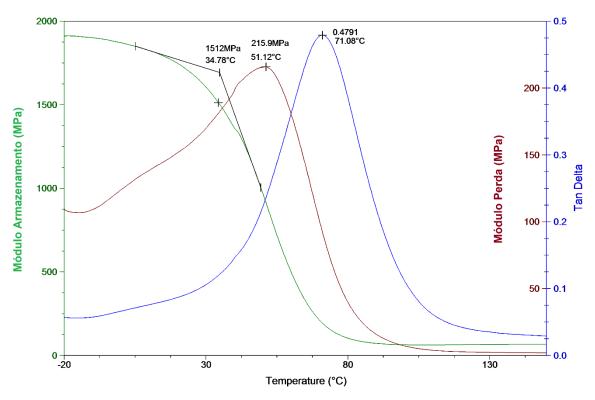


FIG. 4.22: Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados com o volume de 10% de fibras alinhas de fique.

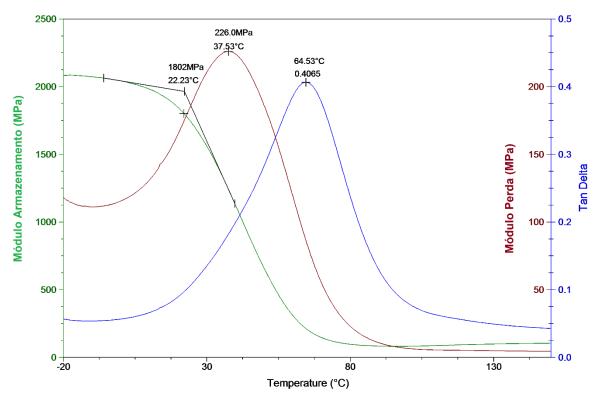


FIG. 4.23: Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados com o volume de 20% de fibras alinhas de fique.

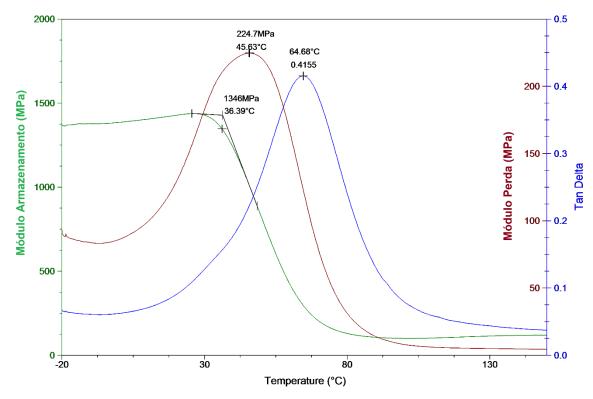


FIG. 4.24: Curvas de DMA para os compostos de poliéster incorporados com o volume de 30% de fibras alinhas de fique.

A incorporação de fibras alinhas em relação ao tecido de fique obteve resultados diferentes. Obteve uma certa estabilidade na temperatura em relação a Tan Delta, porém, para o módulo de perda e armazenamento obteve resultados significativos.

A incorporação tanto para o tecido quanto as fibras alinhas de fique na Tan Delta elevaram a temperatura em relação ao poliéster puro.

O módulo de armazenamento das fibras alinhadas obtiveram elevação em suas cargas em relação ao do tecido de fique. Todas a porcentagens obtiveram essa elevação do valor de carga. Para o compósito de 20% de fibras alinhas obteve um valor de cerca de 1802 Mpa. Ao modulo de perda também obteve em todas os compósitos a elevação do valor de carregamento. Isso pode ser justificado que as fibras que cruzam no tecido de fique não atuam com grande capacidade nesses carregamentos e que para as fibras alinhadas justifica essa maior capacidade de carregamento em relação ao tecido.

5. CONCLUSÕES

Nos ensaios de impactos, Charpy e Izod, os compósitos poliméricos de tecido fique apresentam um elevado aumento na tenacidade, em função da fração em peso de fibra. Este aumento na tenacidade é, sobretudo, devido à relativamente baixa tensão interfacial cisalhante entre a matriz de poliéster e as fibras de fique, o que ocasiona maior energia associada ao descolamento da fibra, formando maior área na interface. Para frações de tecido de fique superiores a 20%, o aumento da tenacidade é também devido à grande energia utilizada na ruptura das fibras de fique que se descolam da matriz de poliéster durante os ensaios de impactos. A maioria dos corpos de provas aumentou a resistência devido à baixa tensão de cisalhamento interfacial fique fibra/matriz. Isso resulta em uma maior energia absorvida como consequência de uma propagação longitudinal das fissuras em toda a interface, que gera áreas de ruptura maiores, em comparação com uma fratura transversal.

O comportamento térmico de fibra de fique analisado por TGA, DTG e DSC revelou evidências de perda de água e decomposição estrutural. Entre 80-100°C, aproximadamente, 10% de umidade da fibra é liberada, essa perda de massa inicial é referente a água das fibras lignocelulósicas. A decomposição estrutural está associada perda máxima de massa, com picos claros em 330°C em atmosfera de oxigênio. A incorporação de fibras de fique provoca uma diminuição da temperatura de início de degradação do compósito, que caracteriza o início de uma segunda fase de uma maior perda de massa. Picos secundários, observados apenas nos compósitos, foram atribuídos a decomposição de hemicelulose e celulose contida nas fibras de fique. Os aumentos térmicos de resíduos finais de degradação em proporção com a quantidade de fibra de fique, devido à maior formação da matéria carbonato e alcatrão/char.

O módulo de perda, E", mostra uma diminuição da amplitude do pico de relaxamento α com a incorporação de fibra na matriz polimérica. No entanto, a temperatura para os picos E" e α permanecem praticamente constante para incorporação com fibra de fique. A amplitude do pico tan δ também aumentou significativamente com a incorporação de fibra de fique. A temperatura do pico é

deslocada para temperaturas mais elevadas, que indica um decréscimo na mobilidade das cadeias poliméricas. A interface de matriz/fibra é fraca, o que permite maior mobilidade da cadeia perto da superfície da fibra.

Para a análise de DMA em relação ao tecido de fique e as fibras alinhadas de fique obtiveram resultados significativos em seus módulos de carregamento. Tanto o módulo de armazenamento quando o de perda das fibras alinhas elevaram seus valores de carga em ralação o de tecido de fique. Isso está associado que todas a fibras participaram no carregamento. Já para o tecido, as fibras que cruzam para sua confecção, não participam de grande forma no carregamento. Para valores de Tan Delta, em ambos os casos elevaram a temperatura para maiores valores em relação ao poliéster puro. Em relação das fibras alinhadas quanto os tecido de fique, não obteve grande diferença em suas temperaturas.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGARWAL, B. D. E BROUTMAN, L. J. **Analysis and performance of fiber composites** vol. 2nd ed. New York [etc.]: John Wiley & Sons, 1990.
- ALTOÉ, G. R. Avaliação Da Influência Do Diâmetro, Por Meio Da Distribuição De Weibull, Nas Propriedades Mecânicas E Estruturais Da Fibra De Fique. Monografia de Graduação do Curso em Engenharia Metalúrgica e de Materiais na Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. 2016.
- BLASS, A., Processamento de Polímeros, 2a ed., Editora da UFSC, 1988.
- BLEDZKI, A.K.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibers. Progress in Polymer Science, Vol. 24, p. 221-274. 1999.
- BROUTMAN, L.J. AND R. H. KROCK (1967), **Modern Composite Materials**, Addison-Wesley Publishing Co., Reading, MA.
- BRYDSON, J.A. **Plastics Materials.** 7a ed. Oxford: Butterworth-Heinemann. 1999.
- CALLISTER, W.D.; RETHWISCH, D.G. Materials Science and Engineering: An Introduction. 8a ed. Danvers: John Wiley & Sons. 2012.
- CANTWELL, W.J.; MORTON, J. The Impact Resistance of Composites

 Materials a Review Composites; vol. 22, n.5. 1991.
- CASTELLANOS, F.; et al. Definición de la Agenda Prospectiva de Investigación en la Cadena Productiva Agroindustrial de Fique a Partir de Sistemas de Inteligencia Tecnológica. Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural. 1. Ed. Bogotá D.C, 2009.
- CAVALCANTI, W.S. (2006). Compósitos, poliéster / tecidos tramados vegetal vidro: Caracterização mecânica e simulação da absorção de água.

- (Doutorado em Engenharia de Processos, Centro de Ciências e Tecnologia), Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, Paraíba.
- CHAWLA, K. K. (1987). Composite Materials. Science and Engineering, Springer-Verlag, New York.
- CHAWLA, K. K. (1993) **Composite Materials. Science and Engineering**, Springer Verlag, New York.
- CROCKER, J. (2008) "Natural materials innovative natural composites". Materials Technology, v. 2-3, p. 174-178.
- DE MOURA, M.F.S.F.; MORAIS, A.B.; MAGALHÃES, A.G. **Materiais Compósitos: Materiais, Fabrico e Comportamento Mecânico.** 2ª ed. Porto: Publindústria Edições Técnicas. 2011.
- EICHHORN, S.J. et al. Review: Current international research into cellulosic fibres and composites. Journal of materials Science, Vol. 36 (9), 2107-2131, 2001.
- EMBRAPOL. Disponível em: < http://www.embrapol.com.br/resina.htm>. Acesso em: 5 Set 2016.
- FARUK, O.; BLEDZKI, A.K.; FINK, H. SAIN, M. **Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010.** Progress in Polymer Science, no 37, p.1552-1596. 2012.
- FERREIRA, A.S., RODRIGUEZ, R.J.S., LOPES, F.P.D., MONTEIRO, S.N. (2010)

 Thermal analysis of curaua fiber reinforced polyester matrix composites.

 In: Characterization of Minerals, Metals and Materials Symposium TMS

 Conference, Seattle, WA, EUA, March 2010, p. 1-7.
- FOLKES, M. J. (1985). **Short Fiber Reinforced Thermoplastics**. Research Studies Press, ed. 1, England.
- GAÑÁN, P. and Mondragon I. **Surface modification of fique fibers.** Effects of their phisico-mechanical properties. Polymer Composites. 2002.

- GAÑÁN, P. and MONDRAGON I. Thermal and degradation behavior of fique fiber reinforced thermoplastic matrix composites. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 2003.
- GAY, D., (1991) Matèriaux Composites, Editions Hermes Paris, France.
- HULL, D.; CLYNE, T. W. (1996) **An Introduction to Composite Materials**, 2a ed., Cambridge: Cambridge Univ. Pres.
- JOHN, M.J.; THOMAS, S. Biofibres and Biocomposites.Carbohydrate Polymers, Vol. 71, p. 343-364. 2008.
- KALIA, S.; KAITH, B.S.; KAUR, I. (Eds.). **Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites.** 1a ed. New York: Springer. 2011.
- KRISTINA O, A. P. MATHEW, R. L., BIRGITHA N., KURUVILLA J. (2009). The influence of fibre microstructure on fibre breakage and mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene. Composites Science and Technology, 25 March 2009.
- LACH, DE. Developments and Applications of Continuous Fiber Reinforced Thermoplastics, New York: Van Nostrand Reinhold Co, 576-588p. 1998.
- MEDINA, J. C. Plantas Fibrosas da Flora Mundial, Instituto Agronômico de Campinas, p. 787-792, 1959.
- MOHANTY, A. K., KHAN, M. A., HINRICHSEN, G. (2001) Influence of Chemical Surface Modification on the Properties of Biodegradable Jute Fabrics-Polyester Amide Composites. Composites: Part A, v. 31, p. 143-150.
- MOHANTY, A.K., MISRA M., HINRICHSEN, G. (2000) **Biofibers, biodegradable polymers and biocomposites: an overview**. Macromolecular Mat. and Engineering, v. 276/277, p. 1-24.
- MOHANTY, A.K.; MISRA, M.; DRZAL, L.T. Sustainable Bio-Composites from Renewable Resources: Opportunities and Challenges in the Green

- **Materials World.** Journal of Polymers and the Environment, Vol. 10, nº 1/2, p. 19-26. 2002.
- MOHANTY, S. VERMA, S. K., NAYAK, S. K. (2006) **Dynamic Mechanical and Thermal Properties of MAPE Treated Jute/HDPE Composites.** Composites Science and Technology, v. 66, p. 538-547.
- MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D.; BARBOSA, A.P.B.; BEVITORI, A.B.; DA SILVA, I.L.A.; DA COSTA, L.L. **Natural Lignocelullosic Fibers as Engineering Materials An Overview.** Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 42A, p. 2963-2974. 2011.
- MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D.; BARBOSA, A.P.B.; BEVITORI, A.B.; DA SILVA, I.L.A.; DA COSTA, L.L. **Natural Lignocelullosic Fibers as Engineering Materials An Overview.** Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 42A, p. 2963-2974. 2011.
- MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D.; FERREIRA, A.S.; NASCIMENTO, D.C.O.

 Natural Fiber Polymer Matrix Composites: Cheaper, Tougher and
 Environmentally Friendly. JOM, Vol. 61, p. 17-22. 2009.
- MOROZOV, E.; VAZILIEV, V. (1989) **Mechanics and Analysis of Composite**Materials. Elservier.
- MOTHE, C.G., ARAUJO, C.R., OLIVEIRA, M.A., YOSHIDA, M.I. (2002) Thermal decompositions kinetics of polyurethane composites with bagasse of sugar cane, J. Thermal Analysis and Calorimetry, v. 67, p. 305-312.
- NETO, F. L.; PARDINI, L. C. (2006). **Compositos Estruturais**: Ciencia e Tecnologia. Ed. Sao Paulo: Edgar Blucher.
- NETO, J. M. M. (2009). Crônicas Acadêmicas, 192p. Teresina.
- NGUYEN, T., ZAVARIN, E., BARRAL, E.M. (1981) **Thermal analysis of lignocellulosic material.** Part I Unmodified materials. J. Macromol. Sci. Rev. Macromol. Chem. v. C 20, p. 1-65.

- PLASMET (2011). Plásticos e Metais, Suporte Técnico, http://plasmet.com.br/site/menus/suporte_tecnico/Compositos.pdf, Acessado em 10 de janeiro de 2017.
- REGIANI, A. M. Eletrólitos sólidos poliméricos à base de polissacarídeos: síntese e caracterização. Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Ciências na área de Físico-química no Instituto de Química de São Carlos. 2000.
- SATYANARAYANA KG, ARIZAGA GGC, WYPYCH F. (2004) **Ecofriendly composites** a new vista for textile engineers. In: International conference SINTEX-2004, in CD-ROM, Paper No.TIC-E-001.pdf.
- SATYANARAYANA, K.G. GUIMARÃES, J.L. WYPYCH, F. (2007) **Studies on lignocellulosic fibers of Brazil.** Part I: Source, production, morphology, properties and applications. Composites: Part A, v. 38, p. 1694-1709.
- SILVA, R., SHIRANI K. HARAGUCHI, MUNIZ E. C., RUBIRA, A. F. (2009)

 Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em

 compósitos. Química Nova, v. 32, n 3, 661-671.
- TELES, M. C. A., et al. (2015) Fique Fiber Tensile Elastic Modulus Dependence with Diameter Using the Weibull Statistical Analysis. Mat. Res., vol.18, suppl.2, pp.193-199.
- THAKUR, V.K.; THAKUR, M.K.; GUPTA, R.K. Review: Raw Natural Fiber-Based Polymer Composites. International Journal of Polymer Analysis & Characterization, Vol. 19, p. 256-271. 2014.
- WIELAGE, B., LAMPKE, T., MARX, G., NESTLER, K., STARKE, D. (1999)

 Thermogravimetric and differential scanning calorimetric analysis of natural fibres and polypropylene, Thermochimica Acta, v. 337, p.169-177.
- ZAH, R., HISCHIER, R., LEÃO, A.L., BROWN, I. (2007) Curaua fibers in automobile industry A sustainability assessment. J. Cleaner Production, v.15, p.1032-1040.