

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE
FIBRAS DE PIAÇAVA E MATRIZ DE RESINA EPOXI**

DENISE CRISTINA DE OLIVEIRA NASCIMENTO

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE - UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ
DEZEMBRO - 2009

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE
FIBRAS DE PIAÇAVA E MATRIZ DE RESINA EPOXI**

DENISE CRISTINA DE OLIVEIRA NASCIMENTO

"Tese de Doutorado apresentada ao Centro de Ciências e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção de título de Doutor em Engenharia de Materiais".

Orientador: Prof. Sérgio Neves Monteiro

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ
DEZEMBRO - 2009

ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE FIBRAS DE PIAÇAVA E MATRIZ DE RESINA EPOXI

DENISE CRISTINA DE OLIVEIRA NASCIMENTO

"Tese de Doutorado apresentada ao Centro de Ciências e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção de título de Doutor em Engenharia de Materiais".

Aprovada em 09 de dezembro de 2009

Comissão Examinadora:

Prof. Lucio José Terra Petrucci, D.Sc. FAETEC/CAMPOS

Profa. Regina Coeli Martins Paes Aquino, D.Sc. – IFF/Campos)

**Prof. Amanda Camerini Lima, D.S.c. – FACULDADE REDENTOR
(Itaperuna)**

Prof. Sergio Neves Monteiro, Ph. d – UENF

Orientador

DEDICATÓRIA

Ao meu avô materno, Paulo Antônio de Oliveira,
meu carinho e gratidão pelo ser humano digno de admiração
e muitas saudades .

AGRADECIMENTOS

A Deus, que com sua infinita bondade, compreendeu meus anseios, concedendo-me a vida e a necessária coragem para atingir mais um objetivo.

Às minhas queridas avós: Jorgina e Joana, a vocês meu carinho e respeito.

Aos meus pais Derly e Eli e aos meus irmãos Hérica e Marlon, um agradecimento especial pelo carinho, apoio e compreensão sem os quais seria impossível a realização desse trabalho. A vocês todo o meu amor e admiração.

Ao professor Sergio Neves Monteiro, meu orientador, devo um agradecimento especial por sua postura amigável e competente, fatores que constituíram um incentivo permanente e decisivo para a elaboração dessa tese de doutoramento.

A UENF/FAPERJ, pela bolsa de pesquisa que muito contribuiu para o desenvolvimento desse grande desafio.

A Universidade Estadual do Norte Fluminense e em particular ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Aos professores Eduardo Atem, Ana Lucia Diegues, Rubens Sanches, Lucio Petrucci, Gustavo Vagner de Menezes, Regina Coeli Martins P. Aquino pela prontidão e confiança a mim prestadas.

A Ailton da Silva Ferreira, meu namorado, agradeço o carinho, a atenção e o companheirismo a mim dedicados em todos os momentos.

Aos amigos funcionários da UENF: Josilane, Kátia, Luciana, Rogério e Adail pelo enorme profissionalismo e dedicação com que conduziram minhas solicitações.

As amigas Samara, Jeuziane e Simone, agradeço o agradável convívio e companheirismo.

Aos amigos do grupo GR.com (Ailton Ferreira, Felipe Perrisse, Helvio Santa Fé, Ludy, Netinho, Lucas, Luis Fernando, Rômulo, Frederico Margem e Amanda) e a Carlan, Teresa, Luciana e Renan.

Agradecimento especial ao amigo Ludy Motta pelo auxílio na confecção de corpos de prova e pelo companheirismo no trabalho.

Enfim, agradeço a todos que de alguma forma se envolveram, apoiaram, incentivaram e contribuíram para essa conquista, expresso aqui o meu mais profundo agradecimento!

SUMÁRIO

| | |
|--|-----------|
| CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO..... | 01 |
| 1.1 – Considerações Iniciais..... | 02 |
| 1.2 – Objetivos..... | 07 |
| 1.2.1 – Objetivo Geral..... | 07 |
| 1.2.2 – Objetivos Específicos..... | 07 |
| 1.3 – Justificativa..... | 07 |
| 1.4 – Estruturação Final e Conteúdo da Tese..... | 08 |
| 1.5 – Considerações Finais..... | 09 |
| | |
| CAPÍTULO II – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 10 |
| 2.1 – Compósitos..... | 11 |
| 2.1.1 – Classificação dos Materiais Compósitos | 14 |
| 2.1.1.1 – Compósitos Particulados | 15 |
| 2.1.1.2 – Compósitos com Fibras | 16 |
| 2.1.1.3 – Compósitos Estruturais..... | 17 |
| 2.2 – Polímeros como matriz..... | 18 |
| 2.3 – Fibras como reforço..... | 20 |
| 2.3.1 – Fibras Sintéticas..... | 21 |
| 2.3.2 – Fibras Vegetais | 24 |
| 2.3.2.1 – Classificação das Fibras Vegetais | 25 |
| 2.3.3 – Fibras Lignocelulósicas | 28 |
| 2.4 – A Fibra de Piaçava..... | 32 |
| 2.5 – Materiais Poliméricos..... | 34 |
| 2.5.1 – Resinas | 35 |
| 2.5.1.1 – Resinas Epóxi..... | 37 |
| 2.6 – Compósitos de Fibras de Piaçava..... | 39 |
| 2.7 – Considerações Complementares..... | 46 |
| CAPÍTULO III – METODOLOGIA..... | 47 |
| 3.1 – Fluxograma | 48 |
| 3.2 – Matéria-Prima | 48 |
| 3.2.1 – A Fibra de Piaçava | 48 |
| 3.2.1.1 – Caracterização Dimensional da Fibra de | |

| | |
|--|----|
| Piaçava..... | 49 |
| 3.2.1.2 – Cálculo da Densidade..... | 50 |
| 3.2.1.3 – Tratamento Químico da Fibra de Piaçava | 50 |
| 3.2.2 – A Matriz Polimérica..... | 51 |
| 3.2.2.1 – Resina Epóxi..... | 51 |
| 3.2.2.2 – Resina Poliéster..... | 52 |
| 3.3 – Análise Química das Fibras..... | 52 |
| 3.3.1 – Difração de Raios-X | 52 |
| 3.3.2 – EDS | 53 |
| 3.4 – Ensaio das Fibras..... | 54 |
| 3.4.1 – Ensaio de Tração | 54 |
| 3.4.1.1 – Análise Estatística de Weibull das propriedades Mecânicas da Fibra de Piaçava | 54 |
| 3.2.1.2 – Ensaio de Pullout..... | 54 |
| 3.5 – Preparação dos Compósitos..... | 55 |
| 3.5.1 – Mistura e Homogeneização..... | 55 |
| 3.5.2 – Prensagem de corpos de prova | 56 |
| 3.5.3 – Caracterização dos corpos de prova..... | 56 |
| 3.5.3.1 – Ensaio de Flexão Estática | 57 |
| 3.6 – Ensaio de Impacto Charpy e Izod..... | 58 |
| 3.7 – Caracterização Física do Compósito | 58 |
| 3.8 – Análise Térmica do Compósito | 59 |
| 3.9 – Caracterização Morfológica | 63 |

CAPÍTULO IV – RESULTADOS DE DISCUSSÕES..... 64

| | |
|--|----|
| 4.1 – Caracterização da Fibra de Piaçava..... | 65 |
| 4.1.1 – Características Físico-Química | 65 |
| 4.4.1.1 – Determinação da Densidade | 65 |
| 4.1.2 – Análise Química | 65 |
| 4.1.2.1 – Difração de Raios-X..... | 66 |
| 4.1.2.2 – EDS | 67 |
| 4.2 – Ensaio Mecânicos na Fibra de Piaçava | 68 |
| 4.2.1 – Ensaio de Tração na Fibra..... | 68 |
| 4.2.1.1 – Tratamento Estatístico de Weibull nos ensaios de tração da Fibra de Piaçava | 69 |
| 4.2.1.2 – Fratura em tração da Fibra de Piaçava | 74 |
| 4.2.2 – Ensaio de Pullout..... | 76 |
| 4.2.2.1 – Ensaio de Pullout de compósitos de piaçava com resina epóxi | 76 |
| 4.2.2.2 – Aspecto das Fibras após ensaio de Pullout | 79 |
| 4.2.2.3 – Ensaio de Pullout de compósitos de Piaçava com resina Poliéster | 81 |

| | |
|---|------------|
| 4.2.2.4 – Aspecto das Fibras após ensaio de Pullout | 87 |
| 4.3 – Ensaios Mecânicos no compósito de Piaçava | 88 |
| 4.3.1 – Ensaio de Flexão de Três Pontos | 88 |
| 4.3.1.1 – Ensaio de Flexão no compósito de Piaçava com Resina Epóxi | 88 |
| 4.3.1.1.1 – Fratura em Flexão de compósitos de Piaçava com Resina Epóxi | 91 |
| 4.3.1.2 – Ensaio de Flexão no compósito de Piaçava com Resina Epóxi, com tratamento de NaOH | 94 |
| 4.3.1.2.1 – Fratura em Flexão de compósitos de Piaçava com Resina Epóxi com Fibra Tratada NaOH..... | 97 |
| 4.3.2 – Ensaio de Impacto em compósitos de Piaçava | 98 |
| 4.3.2.1 – Ensaio de Impacto Charpy em compósito de Fibras de Piaçava e Resina Epóxi..... | 98 |
| 4.3.2.1.1 – Fratura em Charpy em compósitos de Fibras de Piaçava e Resina Epóxi | 100 |
| 4.3.2.2 – Ensaio de Impacto Izod em compósito de Fibras de Piaçava e Resina Epóxi..... | 102 |
| 4.3.2.2.1 – Fratura em Izod em compósitos de Fibras de Piaçava e Resina Epóxi | 105 |
| 4.4 – Ensaios Térmicos | 106 |
| 4.4.1 – DMA de compósitos de Piaçava com Resina Epóxi | 106 |
| 4.4.2 – TGA/DTA da Fibra de Piaçava | 112 |
| 4.4.3 – DSC da Fibra de Piaçava | 113 |
| CONCLUSÃO | 115 |
| BIBLIOGRAFIA | 121 |

ÍNDICE DE FIGURAS, QUADROS, TABELAS, PLANILHAS E GRÁFICOS

FIGURAS

| | |
|---|----|
| FIGURA 2.1 – Esquema de classificação para os vários tipos de compósitos.. | 15 |
| FIGURA 2.2 – Fibras Naturais e sua Classificação..... | 21 |
| FIGURA 2.3 – Exemplos de Fibras sintéticas de (a) carbono, (b) fibra vidro e (c) aramida..... | 23 |
| FIGURA 2.4 – Classificação das Fibras Celulósicas.. | 27 |
| FIGURA 2.5 - (a) Palmeira de Piaçava do Estado da Bahia, Brasil; (b) Fibra de Piaçava; (c) Micrografia eletrônica da Fibra de Piaçava... .. | 32 |
| Figura 2.6 – Características estruturais da fibra de piaçava | 33 |
| FIGURA 2.7 - Utilização dos resíduos obtidos com Piaçava..... | 33 |
| FIGURA 2.8 – Aspectos morfológicos da fibra de piaçava: (a) Aspectos geral da superfície da fibra de piaçava, aumento 200x; (b) Presença de estruturas longitudinais, aumento 50x; (c) Presença de estruturas lineares, com destaque para os “tyhoses”, aumento 1000x; (d) Detalhe da protusão, aumento 2000x; (e) Superfície da fibra com pequena fibrila sendo arrancada após a fratura em tração e (f) Detalhe do desprendimento da fibrila, aumento 500x..... | 40 |
| FIGURA 2.9 - Variação da tensão de flexão em função do percentual de piaçava como carga | 41 |
| FIGURA 2.10 – Comparação dos valores de E' a 30°C para a resina poliéster isoftálica sem reforço e para os compósitos reforçados por fibras de piaçava . | 42 |
| FIGURA 2.11 – Valores de E'' para a resina sem reforço e para os compósitos de piaçava..... | 43 |
| FIGURA 2.12 – Curvas de pullout em piaçava/poliéster com respectivos desvios padrão em cada ponto | 44 |
| FIGURA 2.13 – Energia de Impacto Charpy em função de volume de peso de fibras de piaçava..... | 44 |
| FIGURA 3.1 – Fluxo do processamento do compósito de piaçava | 48 |
| FIGURA 3.2 – Mecha de Fibras de Piaçava | 49 |

| | |
|--|----|
| FIGURA 3.3 – Projetor de perfil Nikon, utilizado para medir os diâmetros das fibras de Piaçava | 50 |
| FIGURA 3.4 – Mecha de Fibras de Piaçava com tratamento NaOH 10% por 1 hora | 51 |
| FIGURA 3.5– Difrator de raios – X Modelo Shimadzu XRD 7000..... | 53 |
| FIGURA 3.6 – Microscópio Eletrônico de Varredura Modelo Shimadzu SSX 550 | 53 |
| FIGURA 3.7 – Esquema do corpo de prova utilizado no ensaio de pullout..... | 55 |
| FIGURA 3.8 – Corpos de prova de Piaçava com Resina Epóxi..... | 55 |
| FIGURA 3.9 – Matriz a ser empregada para compactação dos corpos de prova de flexão..... | 56 |
| FIGURA 3.10 – Máquina Instron Modelo 5582 | 57 |
| FIGURA 3.11 – Pêndulo de Impacto EMIC..... | 58 |
| FIGURA 3.12 – Equipamento de DMA da TA Instruments modelo multi frequência 2980 | 60 |
| FIGURA 3.13 – Equipamento de Ensaio TGA da TA Instruments modelo DSC 2910 da T..... | 61 |
| FIGURA 3.14 – Máquina de Ensaio de DSC da TA Instruments Systems, modelo 2910 | 62 |
| FIGURA 4.1 – Distribuição Estatística do comprimento (a) e do diâmetro (b) das fibras | 65 |
| FIGURA 4.2 – Espectro de raios-X da Piaçava..... | 66 |
| FIGURA 4.3 – (a) Resultado do EDS com a presença de Oxigênio e Silício, (b) Presença de Carbono, Oxigênio e Silício | 67 |
| FIGURA 4.4 – Curvas de tração típicas da piaçava com diferentes diâmetros correspondentes a cada intervalo, estatisticamente considerado | 68 |
| FIGURA 4.5 – Gráficos da probabilidade para os intervalos considerados de diâmetros das fibras de piaçava | 70 |
| FIGURA 4.6 – Tensão máxima característica, θ , em função do diâmetro de cada um dos nove intervalos considerados | 73 |
| FIGURA 4.7 – Valor médio da tensão máxima em tração em função do diâmetro médio de cada um dos nove intervalos considerados | 73 |
| FIGURA 4.8 – Micromorfologia associada aos aspectos da superfície da fibra de piaçava; (a) protuberâncias, (b) aspecto geral, (c) reentrâncias onduladas | 74 |
| FIGURA 4.9 – Fractografia por MEV da piaçava: (a) X 35, (b) X 50, e (c) X 200. | |

| | |
|---|----|
| Fractografia por MEV das pontas rompidas de fibras de piaçava: (a) mais grossa, d= 2,0mm – 2,45 mm | 75 |
| FIGURA 4.10 – Fractografia por MEV da piaçava: (a) X 100, (b) X 200, e (c) X 500. | |
| Fractografia por MEV das pontas rompidas de fibras de piaçava: (a) mais fina, d= 0,25mm – 0,40 mm | 75 |
| FIGURA 4.11 – Esquema do corpo de prova do ensaio de pullout..... | 76 |
| FIGURA 4.12 – Curvas de força em tração vs. Alongamento para corpos de prova selecionados com diferentes comprimento embutidos (a) 5 mm e (b) 40 mm .. | 77 |
| FIGURA 4.13 – Curvas de pullout das fibras de piaçava embutidas em resina epóxi | 79 |
| FIGURA 4.14 – Ponta rompida de uma fibra de piaçava embutida em 30 mm de resina epóxi: (a) 50X; (b) 400X | 80 |
| FIGURA 4.15 – Superfície de um fibra de piaçava que escorregou totalmente para fora da cápsula de epóxi em 5 mm de comprimento: (a) 25X; (b) 600X | 80 |
| FIGURA 4.16 – Corpos de prova confeccionados para ensaio pullout com diferentes valores de comprimento L – embutidos na cápsula de resina poliéster | 81 |
| FIGURA 4.17 – Curvas de força em tração VS. alongamento para corpos de prova de piaçava embutidas em resina epóxi selecionados com diferentes comprimentos embutidos..... | 82 |
| FIGURA 4.18 – Curvas de pullout de piaçava embutidas em resina poliéster .. | 84 |
| FIGURA 4.19 – Aspecto da superfície de uma fibra de piaçava que escorregou da cápsula com L=3 mm | 87 |
| FIGURA 4.20 – Fractografia da ponta de ruptura de uma fibra embutida com L= 40 mm que não deslizou | 87 |
| FIGURA 4.21 – Ensaio de Flexão de 3 pontos com corpo de prova de piaçava | 90 |
| FIGURA 4.22 – Curvas de carga vs. deslocamento dos ensaios de flexão de compósitos epoxídicos reforçados com diferentes fibras de piaçava..... | 89 |
| FIGURA 4.23 – Variação da resistência à flexão dos compósitos epoxídicos com quantidade incorporada de fibras de piaçava..... | 91 |
| FIGURA 4.24 – Fractografia por MEV da resina epóxi pura | 92 |
| FIGURA 4.25 – Aspecto geral da superfície de fratura dos compósitos com diferentes frações de fibras de piaçava..... | 93 |
| FIGURA 4.26 – Interação de uma trinca com a fibra de piaçava | 94 |
| FIGURA 4.27 – ruptura a flexão com diferentes quantidades de fibras de piaçava | |

| | |
|--|-----|
| nos compósitos | 96 |
| FIGURA 4.28 – Parte da sílica nas protuberâncias superfície da fibra de piaçava: (a) Forte tratamento alcalino; (b) Fraco tratamento alcalino (c) Sem tratamento | 97 |
| FIGURA 4.29 – Energia de Impacto Charpy em função da fração em volume de fibras de piaçava | 98 |
| FIGURA 4.30 – Aspecto dos corpos de prova rompidos por impacto Charpy... | 99 |
| FIGURA 4.31– Fratura Charpy do corpo de prova de resina epóxi (a) 27 x; 9b) 800 x | 100 |
| FIGURA 4.32 – Micrografia da superfície de fratura do corpo de prova com 20% de fibra | 101 |
| FIGURA 4.33 – Micrografia da superfície de fratura do corpo de prova com 30% de fibra | 102 |
| FIGURA 4.34 – Energia de Impacto izod de diferentes quantidades de fibras de piaçava..... | 103 |
| FIGURA 4.35 – Fratura do impacto na superfície de um compósito epoxídico reforçado com 30% de fibras de piaçava: (a) 30X e (b) 270X..... | 105 |
| FIGURA 4.36 – Corpos de prova de compósitos de fibra de piaçava com diferentes frações volumétricas, reforçando matriz epóxi, para ensaios de DMA | 106 |
| FIGURA 4.37 – Variação com a temperatura dos parâmetros de DMA para a resina epóxi pura | 107 |
| FIGURA 4.38 – Variação com a temperatura dos parâmetros de DMA para 0 compósito epoxídico incorporado com 30% em volume de fibras de piaçava | 108 |
| FIGURA 4.39 – Variação do módulo de armazenamento, E', com a temperatura para os compósitos epoxídicos incorporados com diferentes frações de fibras de piaçava..... | 109 |
| FIGURA 4.40 – Variação do módulo de perda, E'', com a temperatura para os compósitos epoxídicos incorporados com diferentes frações de fibras de piaçava | 110 |
| FIGURA 4.41 – Variação da tangente, δ com a temperatura para os compósitos epoxídicos incorporados com diferentes frações de fibras de piaçava | 111 |
| FIGURA 4.42 – Análise Termogravimétrica das fibras de piaçava | 112 |
| FIGURA 4.43 – Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) das fibras de piaçava | 113 |

TABELAS

| | |
|--|-----|
| TABELA 1.1 – Algumas fibras vegetais..... | 04 |
| TABELA 2.1 – Principais características de polímeros termoplásticos e termorrígidos..... | 19 |
| TABELA 2.2 – Propriedades mecânicas de algumas fibras..... | 25 |
| TABELA 2.3 – Propriedades de fibras lignocelulósicas e fibras de vidro | 29 |
| TABELA 2.4 – Composição química provável de algumas fibras vegetais (% peso)..... | 30 |
| TABELA 2.5 – Principais Características e Limitações das Resinas Termorrígidas | 36 |
| TABELA 2.6 – Comparação da influência da disposição das fibras nas propriedades mecânicas dos compósitos fabricados sem pressão de moldagem com carga de piaçava e matriz polimérica | 40 |
| TABELA 2.7 – Valores de $\tan \delta$ e T_g para a resina poliéster sem reforço e seus compósitos..... | 41 |
| TABELA 2.8 – Valores de E' (MPa) para resina poliéster e seus compósitos..... | 42 |
| TABELA 3.1 – Produtos Primários e sua função no Compósito Polimérico | 48 |
| TABELA 4.1 – Parâmetros de Weibull para intervalos considerados de diâmetros das fibras de piaçava | 71 |
| TABELA 4.2 – Tensões de pullout das fibras de piaçava relativa ao comprimento. | 78 |
| TABELA 4.3 – Tensão trativa de pullout das fibras de piaçava em função do comprimento embutido na resina poliéster..... | 83 |
| TABELA 4.4 – Comprimento crítico e tensão cisalhante interfacial para diferentes compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas | 86 |
| TABELA 4.5 – Resistência à flexão com fibras tratadas e não tratadas nos compósitos fibra piaçava / epóxi | 95 |
| TABELA 4.6 – Comparação dos valores de resistência ao impacto de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais | 104 |

RESUMO DA TESE

NASCIMENTO, Denise Cristina de O. ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE FIBRAS DE PIAÇAVA E MATRIZ DE RESINA EPÓXI. 2009. Tese (Doutorado em Ciências: Área de Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais. UENF, Campos dos Goytacazes - RJ.

A necessidade de desenvolver materiais com propriedades diferenciadas e superiores aos materiais convencionais aliada à possibilidade de utilizar resíduos e outros recursos naturais disponíveis, destaca a busca pelo desenvolvimento de compósitos incorporados com este recurso. Assim o desenvolvimento de compósitos utilizando fibras naturais como carga ou reforço a matrizes poliméricas apresenta vantagens em relação às fibras sintéticas por serem de baixo custo, biodegradáveis, reaproveitáveis e não tóxicas. Nesta tese foi inicialmente feita a caracterização das fibras de piaçava. Além da caracterização dimensional, foram utilizadas as técnicas de difração de raios-X, espectrometria, calorimetria exploratória diferencial (DSC), termogravimetria (TG), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e resistência a tração. Em seguida, compósitos obtidos foram caracterizados através de ensaios de flexão, tração, impacto: Izod e Charpy e análise térmica. Os compósitos de piaçava, em matriz tanto de poliéster quanto epoxídica, foram confeccionados variando-se de 0 a 40 % a fração volumétrica das fibras. Caracterizou-se estes compósitos por microscopia eletrônica de varredura, após ruptura de corpos de prova nos ensaios de flexão e impacto, analisando as fases na região da fratura. Os resultados revelaram que compósitos poliméricos reforçados com fibras de piaçava embutidas em matriz de resina epóxi, possuem um grande potencial, quando comparados a outras fibras lignocelulósicas. Destaque para a resistência ao impacto dos compósitos formados tanto em matriz epoxídica quanto com resina poliéster. Os resultados revelaram também a influência do tratamento alcalino nas propriedades mecânicas do compósito, observou ter este tratamento diminuído a aderência fibra matriz e, conseqüentemente, comprometido os resultados mecânicos do compósito. Deve-se destacar o fato de ter sido possível desenvolver compósitos com boas propriedades, com fibras de piaçava servindo como carga/reforço e também como reforço a matriz polimérica, ou seja, obteve-se um compósito a partir da utilização de materiais oriundos de fontes renováveis e com características superiores a alguns materiais sintéticos.

Palavras-Chave: Compósitos poliméricos, Fibra de Piaçava, Propriedades Mecânicas e Propriedades Térmicas.

ABSTRACT

Nascimento, Denise Cristina. ANALYSIS OF THE PROPERTIES PIASSAVA FIBRE COMPOSITE AND EPOXY RESIN MATRIX. 2009. Thesis (doctoral Science: materials engineering area) – post-graduate program in materials engineering. UENF, Campos-RJ.

The necessity to develop materials with properties differentiated and superior to the conventional materials allied to the possibility to use available residues and other natural resources, detaches the search for the development of composites incorporated with this resource. Thus the development of composites using natural staple fibers as load or reinforcement the polymeric matrices presents synthetic for being of low cost, biodegradáveis, reaproveitáveis and not toxic advantages in relation to staple fibers. In this thesis initially the characterization of staple fibers was made of piassava. Beyond the dimensional characterization, the techniques of difração of rays-x, espectometria, distinguishing exploratory calorimetric had been used (DSC), termogravimetria (TG), electronic microscopy of sweepings (MEV) and resistance the traction. After that, gotten composites had been characterized through assays of flexion, traction, impact: Izod and Charpy and thermal analysis. The composites of piassava, in polyester matrix in such a way how much of epoxy, they had been confectioned varying of 0 40% the volumetric fraction of staple fibers. One characterized these composites for electronic microscopy of sweepings, after rupture of bodies of test in the flexion assays and impact, analyzing the phases in the region of the breaking. The results had disclosed that strengthened polymeric composites with staple fibers of piassava inlaid in resin matrix epoxy, possess a great potential, when compared with other lignocelulósicas staple fibers. Prominence for the resistance to the impact of the composites formed in such a way in epoxídica matrix how much with resin polyester. The results had also disclosed the influence of the alkaline treatment in the mechanical properties of the composite, had disclosed to have this diminished treatment the tack first fiber e, consequently, compromised the mechanical results of the composite. The fact must be detached to have been possible to develop composites with good properties, serving as load and also as reinforcement the polymeric matrix, that is, got a composite from the use of deriving materials of sources renewed and with superior characteristics to some synthetic materials.

Word-Key: Composites polymeric, Mechanical Fiber of Piassava, Properties and Thermal Properties.

CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO

Este capítulo inicial tem como objetivo fornecer um panorama geral acerca dos materiais compósitos, fibras, bem como compósitos reforçados com fibras, como um preâmbulo para o tema desta tese. Destarte, o capítulo encontra-se estruturado basicamente em seções distintas com subseções.

Na primeira seção, com o intuito de oferecer uma visão ampliada acerca da compreensão sobre o desenvolvimento de materiais compósitos, será feita uma descrição sobre esses materiais e esboçado um quadro referente à evolução científico-tecnológica bem como suas implicações mais gerais para o desenvolvimento de novos materiais.

Nas seções dois e três, será dada atenção para a análise do objetivo geral proposto nesta tese de doutoramento, motivação e justificativa do objeto de estudo, ou seja, compósitos de fibras longas de piaçava reforçando matriz epoxídica.

Por fim, a seção será encerrada descrevendo a estruturação desta tese de forma a orientar os leitores quanto às etapas seguidas para a sua confecção

* * *

1.1 – CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O desenvolvimento de compósitos vegetais vem de encontro aos objetivos das pesquisas científicas e tecnológicas que, nos últimos anos, têm concentrado seus esforços na busca por materiais que exibam propriedades diferentes frente àquelas apresentadas pelos materiais convencionais e que possam causar menos impacto ao meio ambiente.

Existe uma tendência mundial em desenvolver e valorizar materiais ambientalmente corretos, e com baixo custo. A condição de material ambientalmente correto refere-se a aspectos que possam ser apresentados pelo material, tais como, renováveis, biodegradáveis e recicláveis.

Segundo Gibson (1994), os materiais podem ser divididos em quatro categorias: metais, polímeros, cerâmicos e compósitos. O mesmo autor ressalta que os materiais compósitos se destacam entre os demais materiais quanto a seu

desenvolvimento e produção.

A principal razão para utilização de compostos poliméricos deve-se a possibilidade de combinar as propriedades de duas ou mais matérias-primas com características diferentes, visando obter um produto com propriedades adequadas (Neto e Pardini, 2006; Mazumdar, 2002; Van Vlack, 1984; Schwartz, 1992; Hollaway, 1994; Hull & Clyne, 1996).

As variadas e melhores propriedades dos compósitos permitem vislumbrar um grande potencial de aplicação, visto que tais propriedades possibilitam que o compósito seja adequado às necessidades de cada projeto. Além disso, a fabricação dos compósitos vegetais também permite utilizar os resíduos gerados pelas agroindústrias da fibra vegetal como fonte de matéria-prima para a fabricação de novos produtos (Callister, 2000; Crocker, 2008; Eichhorn et al, 2001; Ashbee, 1993; Chou, Mccullough and Pipes, 1986).

Ainda em relação aos compósitos, muitas das tecnologias modernas exigem materiais com combinações das mais variadas propriedades, e geralmente estas características não são atendidas pelos materiais convencionais, sendo necessário “engenheirar” as melhores propriedades de cada material. Esta necessidade originou o desenvolvimento de materiais compósitos (Chawla, 1993).

Muitos materiais compósitos são constituídos apenas por duas fases: a matriz e a fase dispersa, sendo que as principais propriedades dos compósitos são função de sua fase dispersa. Segundo Callister (2000) os materiais compósitos se classificam em três divisões principais, os compósitos reforçados por fibras; os compósitos reforçados por partículas e os compósitos estruturais.

Os compósitos de matriz polimérica reforçada com fibras vegetais surgiram nas últimas décadas com um grande potencial de aplicação na área de engenharia dos materiais e constituindo, na atualidade, uma das maiores áreas de interesse na pesquisa de materiais compósitos acrescenta-se a esta descoberta o fato das fibras vegetais serem fontes renováveis, biodegradáveis, não tóxicas, de baixo custo, mais resistentes e rígidas, além de possuírem melhores propriedades à fadiga (Aquino, 2003).

Neste contexto, fibras naturais têm sido cada vez mais utilizadas como reforçadores para termoplásticos, devido ao baixo custo da matéria-prima, sua biodegradabilidade e pelas boas propriedades mecânicas conferidas ao compósito (Mano, 1991).

Acrescenta-se o fato de que o desenvolvimento de compósitos de polímeros sintéticos com fibras naturais contribui para a redução da poluição ambiental, bem como para a criação de novos empregos e para a utilização de recursos naturais disponíveis (Leão; Tan; Caraschi, 1998).

A variedade de matérias-primas disponíveis aumentou consideravelmente a possibilidade de obtenção de novos materiais. Houve então a necessidade de conseguir materiais que atendessem a uma quantidade maior de características, surgindo assim, a idéia de unir dois ou mais materiais, visando obter um novo material com propriedades não exibidas em seus componentes, onde é possível destacar as ligas metálicas e os produtos químicos como exemplos desse conceito. Entretanto, a idéia principal é manter cada componente com suas características originais, gerando os materiais denominados compósitos (Aquino; D`Almeida e Monteiro, 2005).

Devido à dificuldade de se caracterizar a microestrutura do material compósito, quase todo o seu desenvolvimento teve como objetivo as aplicações estruturais, considerando a interação mecânica entre o reforço e a matriz para a avaliação das propriedades mecânicas. As propriedades mecânicas de maior interesse são: resistência à tração, compressão, flexão, impacto, fadiga, e abrasão, além do módulo de elasticidade em tração e flexão, dureza e tenacidade à fratura (Silva, 2003). Assim, as fibras exercem a função de reforço quando se incorpora à matriz, provocando a rigidez do material e resistência mecânica em si ou do material que tenha atuação como carga (Neto e Pardini, 2006).

As fibras vegetais têm sido estudadas ao longo de décadas, no que se refere à sua constituição, propriedades mecânicas e aos seus possíveis usos. Foram muito utilizadas durante um longo período de tempo, deixando de ter maior uso com o surgimento de novas tecnologias. Contudo, recentemente, tem-se buscado retomar o uso de técnicas consagradas e, também, desenvolver novos compósitos utilizando recursos naturais renováveis, com grande incremento no uso das fibras naturais de celulose, de coco, de sisal, de linho, de rami, de juta e de cânhamo, entre outras (Passos, 2005).

A tabela 1.1 mostra os principais centros brasileiros produtores e/ou processadores de alguns tipos de fibras vegetais (Savastano; Luz; Nolasco, 1997).

Tabela 1.1. – Algumas fibras vegetais.

| FIBRA | BOTÂNICO | PARTE DA PLANTA | CENTROS PRODUTORES E/OU PROCESSADORES |
|--------------------------------|-------------------------------|------------------------|--|
| Curauá | Ananas erectifolius | Folha | Amazônia paraense |
| Sisal | Agave sisalana Perrine | Folha | Semi-árido da Bahia e da Paraíba |
| Piaçava | Attalea funifera Mart. | <u>Bainha foliar</u> | Região de Valença BA |
| Coco | Cocos nucifera Linn. | Mesocarpo do fruto | Região de Recife PE e Aracaju SE |
| Algodão | Gossypium herbaceum Linn. | Semente | Campina Grande PB |
| Celulose de eucalipto | Eucalyptus grandis – clones | Caule | Aracruz ES |
| Rami | Boemmiria nivea Gaud. | Caule | Região de Londrina PR |
| Banana cultivar nanicão | Musa cavendishii | Pseudocaule | Vale do Ribeira SP |

Fonte: (Savastano JR. et al, 1997, adaptado por Aquino, 2003)

Considerando que as fibras naturais apresentam inúmeras vantagens que contribuem para a sua utilização como reforço de compósitos, destacando-se o seu custo e sua importância ambiental. Sobre esse assunto Neto e Pardini (2006), salientam que os compósitos se evidenciam diante outras classes de materiais pela possibilidade de aproveitar as fibras vegetais como simples carga na matriz ou até mesmo como reforçadores. Outra vantagem dos compósitos é que permitem que sejam aproveitados na sua fabricação resíduos de outros materiais. Os resíduos de fibras vegetais, resultantes de processos agro-industriais vêm mostrando uma grande perspectiva para fabricação de compósitos (Aquino, D Almeida, Monteiro, 2005).

As fibras celulósicas possuem muitas características que tornam seu uso vantajoso como: baixo custo, baixa densidade, resistência específica e módulo elevados, não são abrasivas e, portanto, não desgastam os equipamentos de processo, não são tóxicas, podem ser facilmente modificadas por agentes químicos, são abundantes e provém de fontes renováveis (Joseph et al, 1981). A utilização de fibras vegetais ou celulose natural, como material de reforço pelo homem, já existe há muito tempo. O capim, palha de arroz ou de milho eram misturados ao barro na fabricação de tijolos ou paredes reforçadas, para diminuir a fragilidade deste e tornando-o menos quebradiço. Essa prática persiste até os dias de hoje, sendo cada vez mais crescente, tanto em seu interesse como em quantidade de fibras já conhecidas (Joseph et al, 1981).

Joseph et al (1981) acrescenta esclarecendo que a forma fibrosa apresentada pela celulose e suas características estruturais proporcionam a este

material requisitos necessários para diversas aplicações na área de engenharia. A utilização desses materiais, inicialmente de maneira empírica e intuitiva, deu origem à nova área de ciência e engenharia de materiais com características tecnológicas e econômicas bem definidas.

Silva (1991) com os estudos sobre fibras vegetais relata que essas fibras, em sua maioria, apresentam propriedades mecânicas moderadas, porém são materiais atrativos, que não devem ser desconsiderados, principalmente pelo caráter ecológico de benefício ao meio ambiente. Essas fibras existem em grande quantidade no Brasil e são de fácil manufatura. Como o estudo de compósitos encontra-se em destaque no campo de matérias avançadas, pretende-se com este trabalho criar um material de menor custo e alto padrão para competir no mercado.

Embora a utilização de fibras naturais como material de reforço para o homem já exista há algum tempo, como já relatado, o emprego destas fibras apresenta, entretanto, algumas desvantagens, podendo-se citar como exemplo que as fibras naturais não possuem propriedades uniformes, o que não permite determinar com precisão os valores para as propriedades dentro de um mesmo lote de fibra (Aquino, 2003).

De acordo com Beucher; Lantejoul (1979), as fibras naturais mais utilizadas na produção de compósitos são: juta, rami, linho e sisal. Madeira, sob a forma de serragem, também tem sido empregada na fabricação desses materiais. Fibras de piaçava, da família Palma vêm sendo bastante empregadas na fabricação de produtos simples, tais como escovas, vassouras, cordas, entre outros, e possuem alto teor de lignina, merecendo destaque especial para o desenvolvimento deste projeto.

O aspecto que se destaca na fibra de piaçava da espécie *Attalea funifera Mart*, é a sua rigidez. Comparativamente com as outras fibras lignocelulósicas a piaçava é relativamente mais dura e não se amolda com facilidade a uma solicitação mecânica. Assim não é possível trançar fibras de piaçava para fazer fios ou cordas. Esta limitação é compensada pelo comprimento que estas fibras podem atingir na natureza de até 4 metros e diâmetros superiores a 1 mm (Beucher; Lantejoul, 1979).

Em princípio, é possível reforçar peças de compósitos, como placas e painéis para construção civil e mobiliário, utilizando, de maneira contínua e alinhada, o comprimento total das fibras de piaçava. Por outro lado, as fibras de

piaçava podem ser picadas em tamanhos menores para maior facilidade de incorporação em peças como capacete de ciclismo. Isto se deve ao fato do comprimento crítico medido para as fibras de piaçava ser de 1,5 cm (Bledzki; Reihmane; Gassan; 1996).

Nesse contexto, o objetivo desta tese de doutorado é o desenvolvimento de compósitos reforçados por fibras contínuas e alinhadas, destacando a fibra de piaçava da espécie *Attalea funifera Mart* como reforço para uma matriz de resina epóxi. Com o intuito de investigar a possibilidade deste compósito poder substituir materiais convencionais, em especial os empregados na construção civil, serão avaliadas as características física, mecânicas e térmicas, além das características estruturais deste compósito.

1.2 – OBJETIVOS

1.2.1 - OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste projeto é inicialmente desenvolver uma metodologia para processamento de compósitos que permita associar fibra de piaçava a resinas poliméricas (poliéster e epóxi). Em seguida serão avaliadas as propriedades destes compósitos.

1.2.2 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar a fibra de piaçava;
- Caracterizar microestruturalmente os compósitos de piaçava produzidos visando determinar a fração de vazios, distribuição do reforço-matriz, ou seja, avaliar os parâmetros que dependem das condições de processamento ou podem afetar as propriedades finais do material;
- Avaliar as propriedades mecânicas dos compósitos fabricados, visando produzir amostras do compósito visando determinar a composição perfeita de piaçava/resina epóxi.

1.3. JUSTIFICATIVAS

O trabalho proposto apresenta relevância ambiental, científica, tecnológica e econômica para a região de Campos dos Goytacazes.

Justifica-se a presente tese de doutorado pela necessidade de contribuir para o meio científico e tecnológico com o estudo de novos materiais que não estejam sendo explorados em suas potencialidades, como é o caso da piaçava. Considerando sua disponibilidade, uma vez que as fibras de piaçava utilizadas são provenientes de resíduos e subprodutos de outros usos comerciais.

Do ponto de vista ambiental justifica-se pelo aproveitamento integral das fibras. Do ponto de vista científico justifica-se pela compreensão dos mecanismos deste compósito e por tratar-se de tópico em destaque atual no campo de materiais avançados.

Como a tecnologia nesta área vem avançando com rapidez, pretende-se com este trabalho criar um material de menor custo e alto padrão para competir com outros produtos convencionais, sobretudo aqueles a base de fibras não renováveis.

Acrescenta-se a estes aspectos o fato de que as resinas epóxi são utilizadas em várias aplicações na indústria em função de sua alta rigidez dielétrica, alta dureza, excelente aderência, alta resistência química e versatilidade. Espera-se que este estudo possa despertar o investimento em seu desenvolvimento, o que teria como uma das conseqüências a criação de empregos. O sucesso econômico do projeto, do ponto de vista econômico, se daria pelo custo relativamente baixo, com tecnologia de fácil absorção pelos setores de produção e consumo, constituindo-se em grande atrativo para implantação de indústrias na Região visando os mercados dos grandes centros (Rio de Janeiro, Vitória, São Paulo, etc) e até mesmo exportações.

1.4 – ESTRUTURAÇÃO FINAL E CONTEÚDO DA TESE

Com o objetivo de mostrar os resultados obtidos através desse desenho metodológico, buscou-se organizar e dispor o trabalho de tese em quatro capítulos.

No primeiro capítulo, denominado “Introdução” apresenta-se, em um primeiro momento, um panorama geral acerca da contextualização científico/tecnológica que envolve o desenvolvimento dos materiais, das suas

interpretações e seus efeitos sobre a busca por novos materiais que atendam às novas necessidades. Em seguida, mostra-se os aspectos relevantes inerentes ao trabalho, como sua motivação, justificativa e os objetivos a serem atingidos.

No segundo capítulo, intitulado “Revisão Bibliográfica”, procura-se descrever, de forma sucinta materiais compósitos, materiais poliméricos, fibras naturais, fibra de piaçava e compósitos poliméricos.

No terceiro capítulo, cujo título é “Materiais e Métodos”, descreve-se os procedimentos experimentais empregados, assim como materiais e métodos utilizados no preparo de corpos de prova.

No quarto e último capítulo do nosso trabalho, “Análise dos Resultados” verificando os resultados obtidos com os ensaios realizados durante a confecção desta tese, movidos pelo objetivo de desenvolver uma nova metodologia que permita associar fibra de piaçava a resina epóxi.

Finalmente, encerrando o trabalho, a conclusão, na qual é enfatizada uma síntese dos resultados obtidos, além de indicar propostas para futuras pesquisas e desenvolvimento de novos estudos sobre o desenvolvimento de compósitos reforçados com fibras de piaçava.

1.5 – CONSIDERAÇÕES ADICIONAIS

Acredita-se que a pesquisa elaborada tenha sido bem sucedida, uma vez que se considera ter sido alcançado seus objetivos e obrigações no que se refere ao cumprimento de todo o processo para obtenção do título de doutor.

Salienta-se que mesmo acreditando ter-se cumprido os objetivos propostos por essa pesquisa, não se pretende caracterizá-la como uma obra acabada, cuja temática esgota-se nessas páginas. Muito pelo contrário, imagina-se ser essa, apenas uma simples contribuição ao desenvolvimento científico e tecnológico.

Reconhecendo a limitação humana e evidenciando a idéia de que existe algo mais a ser realizado, descoberto e explorado: as conclusões sobre a associação de fibra de piaçava a resina epóxi não se apresentam em sua totalidade nessa pesquisa. O que ora é mostrado constitui uma pequena amostra acerca dessa realidade, a qual espera-se poder servir como um meio e não como um fim em si mesmo.

CAPITULO II - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

No capítulo anterior apresentou-se uma discussão sobre a necessidade do desenvolvimento de novos materiais capazes de conciliar melhores propriedades e adequação ao meio ambiente.

Isto posto, doravante, nos capítulos que se seguem nesse trabalho, procura-se descrever e analisar a forma como os materiais compósitos, especialmente aqueles reforçados com fibras se desenvolve no contexto científico e tecnológico. Destarte, esse capítulo tem como objetivo introduzir essa discussão.

Procurou-se descrever as principais fibras existentes e, em especial a piaçava, e compósitos poliméricos reforçados com estas fibras. Finalizando descrevendo compósitos de piaçava e suas características.

* * *

2.1 – Compósitos

Relatos da utilização dos materiais revelam a sua utilização em tempos remotos das civilizações. Van Vlack (1984) esclarece que os materiais estão presentes em nossa existência, e, além disso, são responsáveis pela ascensão do homem no tempo, propiciando nomear as idades ou eras das civilizações já existentes. Destacam-se, neste contexto a Idade da Pedra, cerca de 2,5 milhões de anos atrás, na qual nossos ancestrais utilizavam pedras para a caça; a Era do Bronze que existiu aproximadamente a 4000 e 3000 a. C na Europa tendo como característica a utilização do cobre e estanho; assim como a Era do Ferro cerca de 1000 até 1 a.C, quando ligas de ferro substituíram o bronze e, finalmente, a Era do Plástico que se destaca na utilização de materiais poliméricos leves e baratos que despontaram no século passado

O evoluir da sociedade, o progresso científico e tecnológico induzem à necessidade de se conseguir materiais capazes de atender um número maior de características em termos de estrutura e propriedades, desta necessidade surge a idéia de se unir um ou mais materiais, visando obter novos materiais, com propriedades ainda não encontradas em materiais convencionais (Neto e Pardini, 2006; Hull e Clyne, 1996). Surgiram, assim, os materiais compósitos.

Segundo os estudos de Felipe (1997), os materiais compósitos possuem propriedades superiores e únicas em determinados aspectos específicos com relação às propriedades individuais de um único material. O autor acrescenta que os esses materiais vem atender á necessidade citada por Gay (1991) de desenvolver um material que possua as características desejadas neste contexto de avanços e modernizações. Gay (1991) argumenta que esta necessidade tem obrigado o homem a conjugar diferentes materiais, através de suas propriedades individuais, para alcançar as características finais desejadas. Assim, conforme definição na literatura pode-se referir ao compósito como sendo um material formado por dois ou mais materiais com características e aspectos diferentes que, no entanto, quando analisados macroscopicamente o mesmo continua sendo homogêneo.

Ainda sobre materiais compósitos, Chawla (1993); Callister (2000); Morozov e Vaziliev (1989) argumentam que as denominações para materiais compósitos, conjugados ou reforçados podem ser atribuídas como definição dos materiais

compósitos em razão da natureza de seu desenvolvimento. Desenvolvimento este, que tem motivado o estudo em prol de materiais com melhores propriedades, ditos avançados. Assim, desafios emergem na busca por materiais sofisticados que permitam em seu processo conciliar questões econômicas e ambientais. Destarte os principais aspectos norteadores que são o alto custo dos materiais chamados convencionais e, no âmbito ambiental, a responsabilidade de aproveitamento de resíduos rurais e industriais.

Neste contexto, Junior (1989) define material compósito como a combinação de dois ou mais materiais, numa escala micro ou macroscópica, diferentes em forma e/ou composição química, em que um dos componentes, descontínuo, oferece a principal resistência ao carregamento (componente reforçador), e o outro contínuo, oferece o meio de transferência desse carregamento (componente matricial ou matriz), que sejam insolúveis entre si, e tenham as propriedades desejadas.

Broutman e Krock (1967); Kristiina et al (2009) complementam os estudos desenvolvidos por Júnior (1989) ao definir compósitos como materiais que apresentam excelentes propriedades mecânicas, químicas e físicas, quando comparadas com os seus componentes isolados.

Chou, McCullough, e Pipes (1986); Hollaway, (1994) destacam que os materiais compósitos ainda podem ser definidos como a combinação de dois ou mais materiais, seja em escalas macroscópica ou microscópica, de formas variadas. Os autores acrescentam que estas combinações podem ser contínuas, descontínuas e aleatórias, além de composições químicas, em que um dos componentes, descontínuo, oferece a principal resistência ao carregamento (componente reforçador), e o outro, contínuo, oferece o meio de transferência desse carregamento (componente matricial ou matriz).

O grande questionamento que envolve o assunto materiais compósitos diz respeito a sua utilidade e adequação às necessidades geradas pelo progresso tecnológico e às exigências dos segmentos industriais e aplicações deles decorrentes. Este desafio tem levados os pesquisadores a dedicar seus estudos na busca por desenvolver produtos específicos para o atendimento não somente dos segmentos industriais, mas também da satisfação da sociedade.

Agarwal e Lawrence (1990) acrescentam a afirmação de que a aplicação de materiais compósitos incentiva o crescimento de novos mercados nos seguintes

setores: transporte, construção, corrosão-resistência, infra-estrutura, elétrico, aeronáutico e aeroespacial. Os mesmos autores relatam que as vantagens de usar materiais compósitos incluem: resistência mecânica elevada, leveza, resistência a corrosão, flexibilidade e durabilidade.

Num conceito mais amplo Gassam e Bledzki, (1999) definem compósito como um material que se caracteriza por possuir dois tipos de fases: a matriz cuja finalidade é proteger sua estrutura e as outras fases contra a ação do meio ambiente, em particular, corrosão e abrasão, e o reforço que altera as propriedades da matriz, podendo proporcionar uma maior resistência.

A partir do conceito de compósito como material multifásico feito de forma artificial, em oposição a um material feito naturalmente (Callister, 2000) torna-se importante apresentar a opinião de pesquisadores sobre esta definição.

Sheldon (1982) considera compósito como um material multifásico no qual as fases constituintes devem ser quimicamente diferentes e estar separadas por uma região distinta, descrita pelo autor como região de interface.

Na concepção de Schwartz (1992) uma finalidade é dada a seleção das fases que irão compor o compósito, assim em seu desenvolvimento são escolhidas duas fases, uma é a carga (agente de reforço) e a outra funciona como um aglutinante matricial (ou resina).

Neste contexto, destacam-se os estudos realizados por Zafeiropoulos, Dijon e Baillie (2007), estes autores colaboram com a definição de materiais compósitos ao definir os mesmos como sendo a combinação de dois ou mais diferentes materiais, que apresentam como resultado propriedades não apresentadas pelos constituintes individuais. Um condicionante ao sucesso do material compósito deriva do fato de que os materiais constituintes do material compósito não dissolvem um no outro e exibem uma interface bem definida entre eles.

Já para Folkes (1982) o componente reforço tem por finalidade aumentar a resistência mecânica e resistência à fluência da matriz, sendo fundamental estudar a interface matriz e o reforço.

Dessa forma, visando explorar os pontos levantados pelos autores a respeito da definição de materiais compósitos, esse capítulo tem como finalidade classificar os materiais compósitos, e estudar as fibras como fase constituinte deste material, e especificamente, estudar a fibra de piaçava como fase constituinte.

Para tal, parte-se da classificação dos materiais compósitos, da análise ampla das fibras e suas classificações até sua delimitação enquanto fibra de piaçava, no caso deste estudo, compósito com fibras de piaçava.

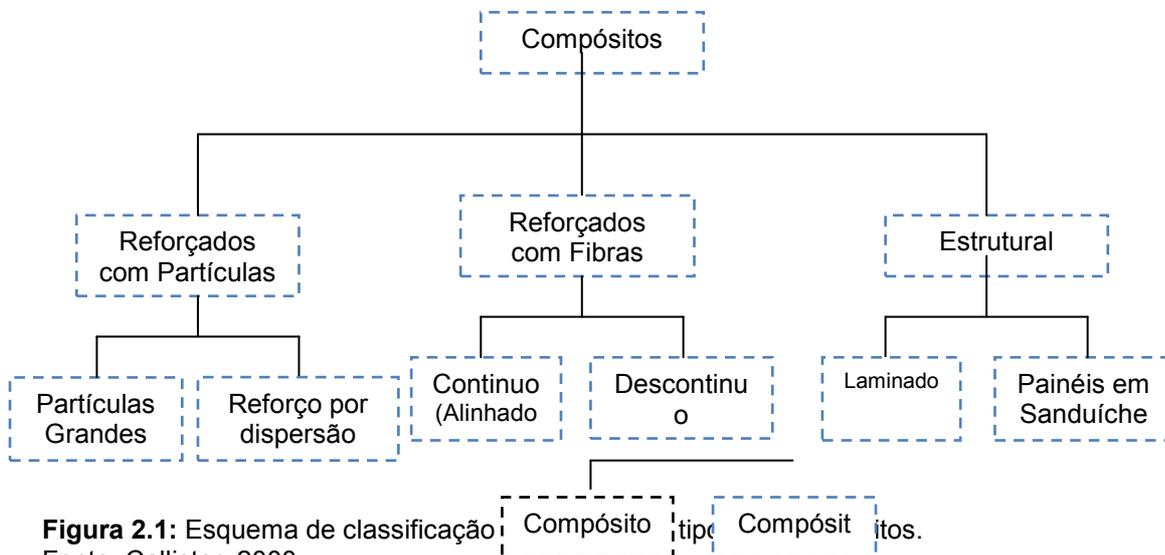
2.1.1 – Classificação dos materiais compósitos

De acordo com a norma ASTM D3878-95, um material compósito pode ser definido como uma substância constituída de dois ou mais materiais, insolúveis entre si, que quando combinadas visam forma um material de engenharia útil com propriedades pré-determinadas.

Assim, a criação de compósitos tem como objetivo principal combinar materiais, semelhantes ou não, a fim de melhorar suas propriedades, melhorar suas características mecânicas, tais como rigidez, tenacidade e resistência, seja nas condições ambientes ou a altas temperaturas, tudo isto buscando alcançar as propriedades exigidas pelo produto (Callister, 2000).

Segundo Rand (1989), as propriedades dos compósitos são muito dependentes das características dos processos de fabricação usados, sobretudo dos materiais brutos e tratamentos adicionais, como a modificação da superfície das fibras e a inclusão da proteção contra a oxidação. Assim, consideráveis mudanças nas propriedades podem ser alcançadas variando certos parâmetros, dentre estas mudanças destacam-se: variações de temperatura: calor, frio, umidade, entre outros (Weeton, 1986).

Segundo Calliter (2000), os compósitos possuem três divisões principais: os compósitos reforçados com partículas, os compósitos reforçados com fibras e compósitos estruturais; ainda existem pelo menos, duas subdivisões de cada uma delas. A fase dispersa para os compósitos reforçados com partículas tem eixos iguais; para os compósitos reforçados com fibras, a fase dispersa tem a geometria de uma fibra. Um esquema simples para a classificação dos materiais compósitos como foi apresentado na Figura 2.1.



2.1.1.1 - Compósitos Particulados

De acordo com Callister (2000) os compósitos particulados se dividem em compósitos com partículas grandes e compósitos fortalecidos por dispersão. A principal diferença entre essas subclassificações se baseia no mecanismo de reforço e aumento da resistência mecânica. O termo “grande” indica que as interações partícula-matriz não podem ser tratadas nos níveis atômico ou molecular, destaca-se, contudo, que para a maior parte desses compósitos, a fase particulada é mais rígida que a matriz e restringe a interação entre a matriz e cada partícula vindo a comprometer o grau de reforço ou a melhoria das propriedades mecânicas dos compósitos

As propriedades mecânicas dos compósitos podem ter melhorias significativas quando para compósitos reforçados por dispersão, nos quais as partículas são normalmente muito menores, tendo diâmetros entre 0,01 e 0,1 μm (10 a 100 nm). O tamanho reduzido das partículas permite maior interação partícula-matriz que conduz ao fortalecimento do compósito, pois enquanto a matriz suporta a maior porção de uma carga aplicada, as pequenas partículas dispersas agem como uma barreira que impede o movimento das discordâncias restringindo as discordâncias e aumentando a dureza e a resistência ao escoamento (Callister, 2000).

2.1.1.2 - Compósitos Com Fibras

Os exemplos mais comuns de materiais compósitos sintéticos são constituídos por reforço com fibras em escala micrométrica, dentre essa categoria de material, encontram-se o reforço com fibras de vidro, e os materiais avançados com fibras com propriedades maiores comparadas a materiais sintéticos (Shackelford, 2008).

As propriedades mecânicas de compósitos poliméricos reforçados por fibras curtas dependem de muitos fatores como adesão matriz/fibra, fração volumétrica de fibras ($\%V_f$), razão de aspecto das fibras (relação entre o comprimento (L), diâmetro (D) da fibra, L/D) e orientação das mesmas (Agrawal e Broutman, 1980). A orientação das fibras também influencia as propriedades mecânicas de compósitos. Sabe-se que as fibras têm uma alta resistência à tração ao longo do seu eixo e a transferência de tensão no compósito assim fabricado é favorecida (Agrawal e Broutman, 1980).

Os compósitos reforçados com fibras se dividem em: compósitos com fibras descontínuas e contínuas, sendo os primeiros constituídos por fibras cortadas, que correspondem à fase descontínua do compósito e se relaciona diretamente com as propriedades mecânicas conferidas ao mesmo. Já, nos compósitos constituídos por fibras contínuas, as tensões aplicadas são suportadas pelas fibras, enquanto a matriz além permitir que as fibras continuem permaneçam unidas, atua como elemento transferidor de tensões, essa troca matriz-fibra permite a obtenção de melhores resultados nos compósitos (Shackelford, 2008).

2.1.1.3 - Compósitos Estruturais

Callister (2000) define compósito estrutural como aquele que se constitui tanto por materiais homogêneos como por materiais compósitos, cujas propriedades dependem não somente das características dos materiais constituintes, mas também do projeto geométrico dos vários elementos que compõem suas estruturas. Os dois tipos de compósitos estruturais mais comuns são os laminares e painéis em sanduíche.

Completando o raciocínio de Callister (2000), Mendonça (2005) esclarece que os compósitos laminares consistem em camadas de pelo menos dois

diferentes materiais fixados de forma conjunta, servindo para combinar camadas constituintes unindo os materiais de forma a obter melhorias em suas propriedades mecânicas dos materiais constituintes. Destaca-se que as folhas bidimensionais ou painéis componentes desse tipo de composto possuem uma direção preferencial de alta resistência, um exemplo de aplicação é a madeira reforçada com fibras contínuas e alinhadas.

Ainda de acordo com Mendonça (2005), os laminados podem ser planos, em placas, curvos, em forma de cascas ou podem ser ainda conformados como placas tridimensionais.

Além dos compósitos estruturais laminados, os compósitos podem ter sua estrutura formada através de painéis em sanduíche. Este tipo de material tem sido ao longo dos anos alvo de diversos estudos científicos, destaque para a estrutura típica do sanduíche que consiste de três camadas: duas faces rígidas e relativamente finas separadas por um material com baixa densidade, ou recheio, que possui menor rigidez e menor resistência (Callister, 2000).

Em uma visão holística, a arquitetura da estrutura sanduíche provê excepcional rigidez de flexão sem necessariamente aumentar o peso. Como resultado, as construções sanduíche possuem menores deformações laterais, maiores resistência à flambagem e frequências naturais mais elevadas (Mendonça, 2005).

2.2 – POLÍMEROS COMO MATRIZ

De acordo com Padilha (2000), os polímeros são constituídos de macromoléculas orgânicas, sintéticas ou naturais. Os plásticos e borrachas são exemplos de polímeros sintéticos, enquanto o couro, a seda, o chifre, o algodão, a lã, a madeira e a borracha natural são constituídos de macromoléculas orgânicas naturais.

Destaca-se como característica dos materiais poliméricos o seu peso, no geral são materiais leves, além de serem isolantes elétricos e térmicos, são flexíveis e apresentam boa resistência à corrosão e baixa resistência ao calor (Padilha, 2000).

Os polímeros mais usados em materiais compósitos são os termoplásticos e os termorrígidos. Sendo a principal diferença entre as duas subclassificações

identificada pelo seu comportamento quando aquecidos.

Os termoplásticos são polímeros capazes de serem moldados várias vezes, devido a característica de se tornarem fluidos com o aumento da temperatura e depois se solidificarem com o decréscimo da mesma. Este mesmo comportamento não é percebido nos polímeros termorrígidos devido ao cruzamento das ligações entre as cadeias moleculares, devido a isto, estes polímeros não se tornam fluidos (Cantwell e Morton, 1991).

Santos (2006) complementa os estudos desenvolvidos por Cantwell e Morton (1991) relatando que o emprego dos polímeros termoplásticos teve seu desenvolvimento incrementado desde a criação dos novos termoplásticos resistentes a elevadas temperaturas tais como as poliamidas, polisulfonas, poliéter sulfona e poliéter éter sulfona dentre outros materiais.

A fim de melhor esclarecer as propriedades que diferenciam os polímeros termoplásticos e termorrígidos, a tabela 2.1, a seguir, apresenta as principais características desses compósitos segundo Cantwell e Morton (1991).

| Comparação entre propriedades dos materiais Termoplásticos e Termorrígidos | |
|---|--|
| Termoplástico | Termorrígidos |
| Reciclável Mecanicamente | Não reciclável mecanicamente |
| Tempo ilimitado de armazenamento | Tempo limitado durante o processamento |
| Alta viscosidade quando fundido | Alta resistência à fluência |
| Baixa resistência à Fluência | Alta resistência térmica e dimensional |
| Temperatura de uso limitada. Baixa Estabilidade Térmica | |

Tabela 2.1.: Principais características de polímeros termoplásticos e termorrígidos.

Fonte: Cantwell e Morton, 1991.

Strong (1989) contribui afirmando que o uso de resinas, entre elas os poliésteres, epóxi, poliuretanos, vinil-éster e resinas fenólicas se destacam em termos em função do baixo preço e da utilização para compor compósitos reforçados com fibras de vidro. Com exceção das resinas epóxi que possuem custo mais elevado, e são muito utilizadas em aplicações aeroespaciais por possuírem melhores propriedades mecânicas e melhores resistências à umidade do que os poliésteres, poliuretanos e as resinas vinílicas.

Utilizando os preceitos de Aquino (2003), a tendência em se obter ligas poliméricas, misturas e compósitos existe devido a alguns fatores: elevado custo no desenvolvimento de novos polímeros; aplicações específicas de compósitos e ligas; aperfeiçoamento de propriedades e redução de custos através da combinação de materiais caros com materiais mais baratos; entre outros.

Além dos compósitos poliméricos comuns, é possível fazer a seguinte classificação (Aquino, 2003):

- Compósitos poliméricos avançados são constituídos por uma matriz termoplástica ou termorrígida, reforçada com fibras de alta resistência (carbono, aramida, vidro, fibras e outros);
- Compósitos cerâmica-cerâmica possuem alta resistência ao calor e boa tenacidade. Os reforços podem ser constituídos por fibras curtas ou longas, fibras de material monocristalino (whiskers), ou partículas;
- Compósitos carbono-carbono são mantas de fibra de carbono impregnadas com piche ou resina fenólica;
- Compósitos de matriz metálica formados por fibras de cerâmica, metal ou grafite, numa matriz constituída por alumínio, titânio ou ligas metálicas.

Assim, os reforços aplicados aos compósitos poliméricos propiciam melhorias em suas propriedades físicas e térmicas modificam sua aparência superficial e características de processamento, além de reduzir o custo do material (Lavengood e Silver, 1988).

A combinação de baixa massa específica com valores elevados de resistência e rigidez, que os compósitos poliméricos avançados proporcionam, permite que essa classe de materiais seja empregada nas indústrias aeronáutica e espacial em substituição aos materiais metálicos tradicionais (Hull, 1987; McConnell, 1990).

As cargas/reforço aplicadas aos compósitos conferem aos mesmos as seguintes vantagens: boa resistência térmica e mecânica, boa condutividade térmica, boa resistência à abrasão, boa resistência superficial, baixo custo e baixa contração. Como desvantagens têm-se limites no processo de fabricação e inibição de cura para algumas resinas termorrígidas (Freire, 1992).

2.3 – FIBRAS COMO REFORÇO

O destaque deste trabalho recai sobre os materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais em especial reforçados com fibras de piaçava. Existem fatores já estudados que diferenciam as fibras naturais, das fibras

sintéticas, caracterizando melhorias científicas, auferindo assim melhorias nas propriedades dos compósitos a serem estudados, faz-se necessário, então, um breve estudo das fibras sintéticas e naturais.

Para Coutts (1986) as fibras podem ser bem definidas pelo conjunto de filamentos individuais, formados por fibrilas e unidas por espécies químicas orgânicas não cristalinas (lignina e hemicelulose). As fibrilas são compostas por moléculas de celulose e estão orientadas em ângulos distintos formando as diversas camadas que compõe a macrofibra. Assim, de forma simplificada a denominação de macrofibra é dada ao conjunto de filamentos compostos preferencialmente por moléculas de celulose unidas por lignina e hemicelulose.

De acordo com Coutts (1986) as fibras podem ser divididas em dois grupos principais, fibras naturais e fibras feitas pelo homem, conforme revela a figura 2.2 a seguir.

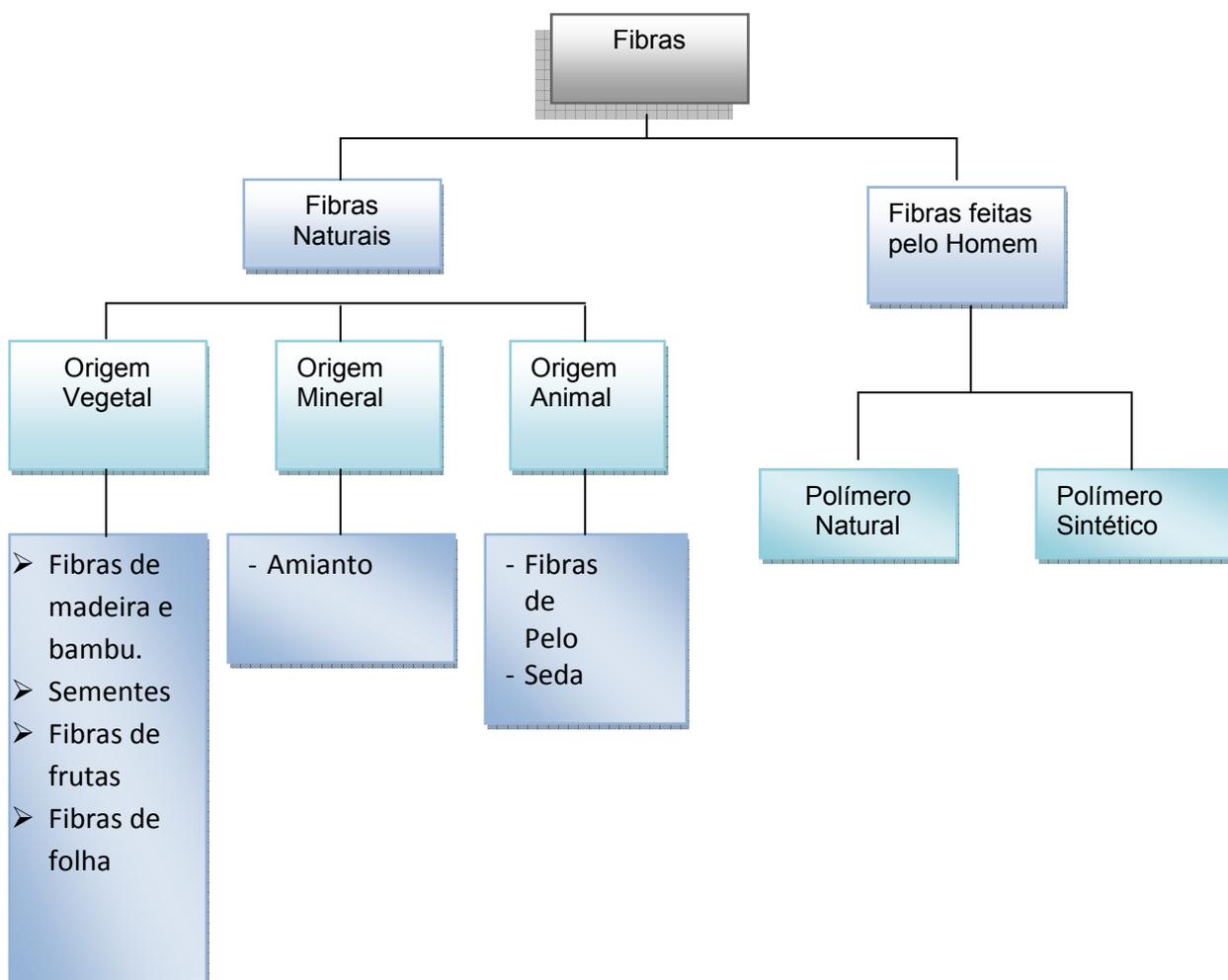


Figura 2.2- Fibras Naturais e sua Classificação
Fonte: Adaptado de Coutts (1986)

Uma análise das subdivisões apresentadas na figura 2.2 é realizada no decorrer desta seção.

2.3.1 - FIBRAS SINTÉTICAS

Uma das primeiras conceituações sobre fibras vem do latim que significa estruturas alongadas, que dispostas em feixes, constituem tecidos animais e vegetais. Pardini e Neto (2006) estudaram a utilização das fibras, como reforços para compósitos, segundo os autores as fibras podem ser trabalhadas nas formas: contínuas, picadas e de partículas, suportando o carregamento mecânico, sendo essas características requeridas em sua produção.

Existem interesses em pesquisa e engenharia por materiais feitos a base de polímeros reforçados com fibras denominados compósitos. Estes compósitos, como plásticos reforçados com fibras de vidro, carbono e aramida, são usados, por exemplo, nas indústrias aeroespacial, automotiva, de construção e de esportes (Wambua et al, 2003).

A produção de fibras sintéticas pode ser realizada através de três processos: Fiação por fusão, a úmido e fiação a seco. Sendo que a configuração entre diâmetro e comprimento permite um alto valor na relação superficial/volume e por conseqüência na interface fibra/matriz (Pardini e Neto, 2006).

Algumas fibras sintéticas ocupam um papel como fibras de reforço e as mais utilizadas são (Young, 1997):

- Fibras de vidro: as mais importantes substâncias que podem obter o estado vítreo são sílica (SiO_2) e os silicatos, óxido bórico (B_2O_3) e os boratos, pentóxido de fósforo (P_2O_5) e os fosfatos;
- Fibras de aramida: são fibras de poliamidas aromáticas com, no mínimo, 85% das funções amidas atadas diretamente a dois anéis aromáticos;
- Fibras de boro: sua fabricação é feita pela deposição em fase vapor do boro sobre um filamento de tungstênio a uma temperatura de 1500K e seus compósitos custam mais que os de fibra de carbono, porém apresentam propriedades mecânicas superiores;
- Fibras carbônicas: são fibras de elevada resistência à tração, porém é um material quebradiço com baixa deformação e grafíticas: são fibras de alto

módulo obtido a partir da grafitação da fibra de carbono em uma temperatura superior a 1800°C, onde se obtém uma estrutura cíclica quase perfeita que se aproxima da célula grafitica (teor de carbono superior a 99%, dependendo da temperatura de tratamento).

As fibras sintéticas mais utilizadas atualmente como reforços são a fibra de vidro, fibra de carbono, aramida (Torreira, 1989). Um importante exemplo de caracterização da fibra é pela morfologia das fases dispersas que é fundamental para o desempenho mecânico. Neste caso o principal aspecto de forma está relacionado ao fato de que a fase reforçadora deve ter, necessariamente, uma das dimensões bem maior que as outras duas. Dentre estes compósitos, os mais comuns possuem fibras sintéticas, como carbono, vidro e aramida na forma cilíndrica, com superfícies lisas como mostrado na figura 2.3 (Monteiro e Rangel, 2006).

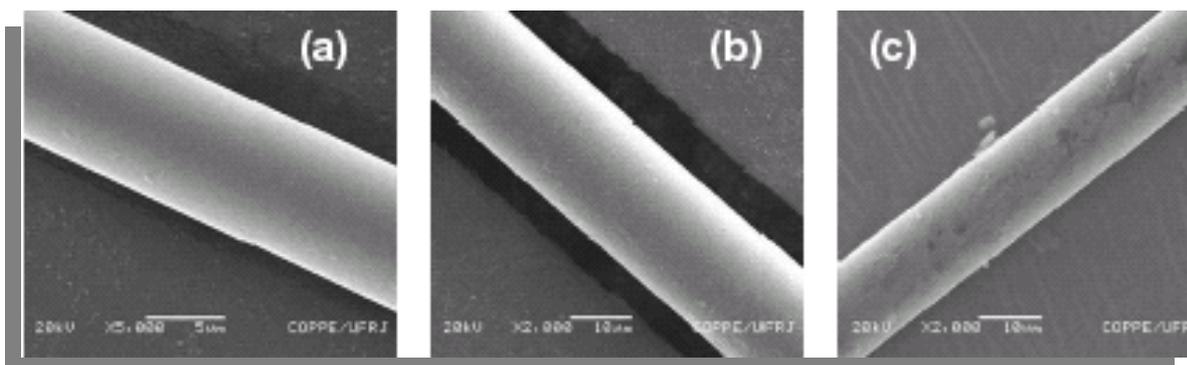


Figura 2.3: Exemplos de Fibras sintéticas de (a) carbono, (b) Fibra vidro e (c) Aramida.

Porém, atualmente o uso de fibras naturais de origem vegetal em compósitos tem tido maior relevância que as fibras sintéticas, por envolver além de aspectos tecnológicos, também envolvem aspectos ambientais, sociais e econômicos (Pardini e Neto, 2006).

Sobre o reforço, Bledski e Gassan (1999) relatam que as fibras naturais têm sido investigadas para uso como reforço em compósitos de matrizes poliméricas, pois alia um forte apelo ecológico a características como baixo custo, baixa densidade, biodegradabilidade, atoxicidade entre outras, tornando-as fortes candidatas para estas aplicações.

Sobre este mesmo assunto Aquino (2005) relata que as matrizes poliméricas 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. A força de ligação entre a matriz e a fibra reforçadora é um fator determinante na performance de muitos compósitos poliméricos. Compósitos com baixa força de ligação matriz/fibra irão falhar a tensões relativamente baixas quando ensaiados transversalmente as fibras (Cantwell e Morton, 1991).

Sheldon (1982) reforça afirmando que pode ser obtida coesão na interface através de métodos como ligação mecânica, física ou química. A natureza da interface entre as fibras e a matriz determina as propriedades mecânicas dos compósitos.

Neste contexto, a próxima seção deste capítulo destina a exploração do assunto Fibras Vegetais, este que constitui objeto principal para o desenvolver desta tese de doutoramento.

2.3.2 FIBRAS VEGETAIS

Fibras vegetais, em comparação com fibras de vidro, são muito eficientes na absorção de som, têm baixo custo, são leves, não estilhaçam em caso de acidentes, são biodegradáveis e podem ser obtidas utilizando-se 80% menos energia (Trindade et al, 2005).

É praticamente impossível determinar com precisão o número de plantas que proporcionam fibras, seja para fins têxteis seja para outros fins, como simples material fibroso (Medina, 1959).

Porém o emprego destas fibras apresenta algumas desvantagens, podendo-se citar como exemplo que as fibras vegetais não possuem propriedades uniformes, apresentando uma grande variação nos valores das suas propriedades, as quais estão diretamente relacionadas com a composição dos seus constituintes: celulose, hemicelulose e lignina (Leão; Frollini, 1997).

As principais vantagens das fibras vegetais são a baixa massa específica; maciez e abrasividade reduzida, recicláveis, não tóxicas e biodegradáveis; baixo custo e baixo consumo de energia na produção, sendo assim estudadas as características mecânicas (Pardini e Neto, 2006).

Neto e Pardini (2006) mostraram as propriedades mecânicas de algumas fibras naturais enfatizando o módulo de resistência a tração [σ_T (MPa)], o módulo

de elasticidade [E (GPa)], deformação a ruptura [ϵ_T (%)] e a massa específica [P (g/cm³)], descritas na tabela 2.2, a seguir:

Tabela 2.2: Propriedades Mecânicas de Algumas Fibras.

| TIPO DE FIBRA | σ_T (Mpa) | E (GPa) | ϵ_T (%) | P (g/cm ³) |
|---------------|------------------|-------------|------------------|------------------------|
| Sisal | 126-800 | 3,80-62,0 | 2,80-10 | 1,27-1,50 |
| Coco | 95-149 | 2,80-13,7 | 3,3-5,1 | 1,18-1,45 |
| Juta | 320-500 | 12,0-100 | 1,3-2,8 | 1,50 |
| Malva | 160 | 17,4 | 5,2 | 1,41 |
| Rami | 393-900 | 7,30-25,0 | 1,8-5,3 | 1,51 |
| Piaçava | 143 | 5,60 | 5,9 | 1,05 |

Fonte: Adaptado de Pardini e Neto (2006).

No Brasil, um dos exemplos dessas fibras para reforço de compósitos poliméricos é a piaçava. No caso da fibra de piaçava, a principal vantagem é a sua resistência à tração, da ordem de 400 MPa, comparável à das fibras de sisal e juta (Monteiro e Lopes, 2006).

2.3.2.1 CLASSIFICAÇÃO DAS FIBRAS VEGETAIS

As fibras naturais podem ainda ser classificadas segundo suas características segundo sua origem, como famílias botânicas e de acordo com a sua natureza (Carvalho, 1996).

As fibras naturais podem ser divididas, de acordo com sua natureza, em três grupos (Carvalho, 1996):

- Vegetal (Celulosicas)
- Animal (Seda, Lã ou pelugem)
- Mineral (asbestos)

Segundo Young (1997) a diversidade das fibras resultam em dificuldades para sua classificação. Porém o pesquisador classificou as fibras vegetais ou lignocelulósicas segundo o local que são retiradas.

Assim do ponto de vista de Young (1997) às fibras vegetais, as quais são classificadas, dependendo da parte e tipo que foram retiradas:

- Sementes e fruto: Algodão e Luffa;
- Relvas e Gramineas: Retiradas das hastes das monocotiledôneas. Exemplos: trigo, aveia, cevada, arroz, junco, bambu e bagaço de cana ;
- Folha: Retiradas ao longo do comprimento das folhas das plantas monocotiledôneas: Curauá, sisal, abacá, henequém, cantala, formio, caroá, istle, pita, piaçava;
- Caule: Maços de fibras retirados do interior da casca (caule) de hastes de plantas monocotiledôneas: Linho, juta, cânhamo, rami, kenaf;
- Madeira: Fibras oriundas do xilema do vegetal angiosperna e do gimnospermana: Eucalipto, abeto e pinho.

O Instituto de Pesquisa Européia (IENICA, 2000), apresenta um esquema gráfico que ilustra a classificação das fibras vegetais proposta por Young (1997) que é apresentado na figura 2.4 a seguir:

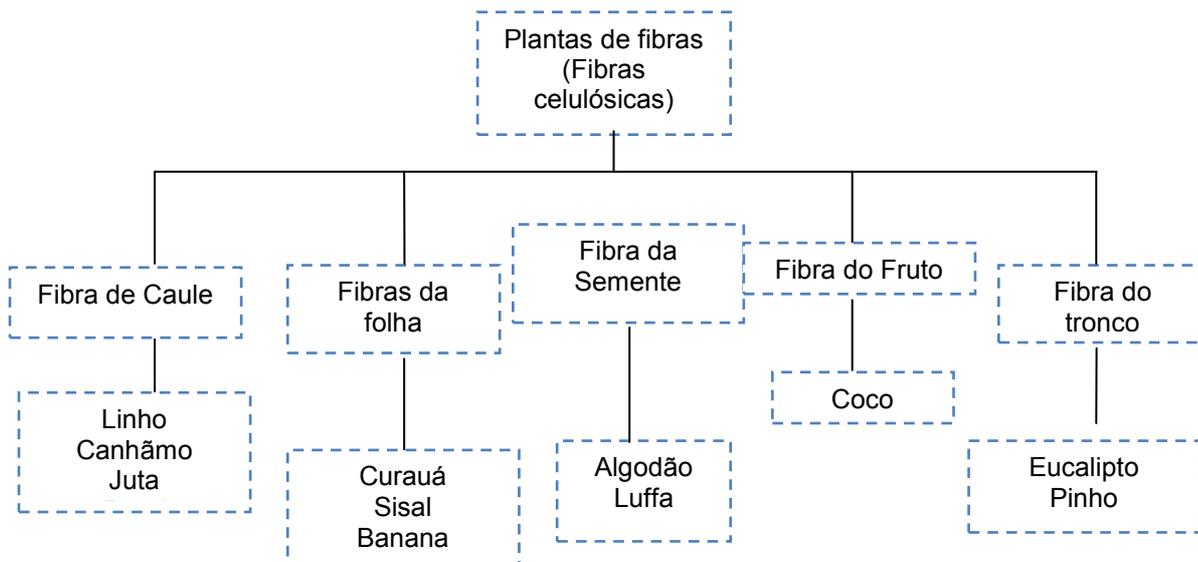


Figura 2.4: Classificação das Fibras Celulósicas.
Fonte: Instituto de Pesquisa Européia (IENICA), 2000.

Medina (1959) ressalta que a classificação botânica se destaca diante das demais devido a sua importância a nível mundial. Segundo o autor a classificação botânica possibilita reconhecer as afinidades entre as espécies, permitindo reconhecer que certas famílias fornecem materiais fibrosos similares. Na classificação botânica, as fibras se dividem em monocotiledôneas e dicotiledôneas: as fibras monocotiledôneas são chamadas de fibras da folha, consideradas duras, também podem ser caracterizadas em feixes ou fibrilas compostas por células individuais denominadas de fibrilas, destaque para as fibras de piaçava objeto de estudo desta tese de doutoramento.

No seu conceito mais amplo, segundo Young (1997) as fibras monocotiledôneas apresentam-se meio que soldadas entre si por uma ligação vegetal (gomas e ceras), com extremidades se sobrepondo de maneira a formar filamentos contínuos, porém endógenos, ou seja, com crescimento para dentro. Entre os exemplos deste tipo de fibra destacam-se o sisal, pita, henequém e o abacá (Young, 1997; Medina, 1959).

Assim podemos concluir que as fibras vegetais podem ser classificadas segundo a origem anatômica, a natureza química, econômica e a origem botânica (Medina, 1959).

2.3.3 FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS

É relatado dentro do meio científico o emprego de fibras lignocelulósicas desde à Antiguidade. Contudo, com o início da produção industrial em larga escala de materiais poliméricos, o uso de fibras naturais diminuiu de forma expressiva e se voltou pra as aplicações ditas tradicionais, tais como cabos, cordoalhas e fios têxteis (Bledzi; Reihamane; Gassan, 1996).

Mohanty; Misra; Drzal (2002) acrescentam relatando que, no entanto, em função das pressões sociais por um uso mais racional dos recursos naturais, o emprego de fibras lignocelulósicas voltou a ser uma opção em diversos setores da indústria nas últimas duas décadas. Dentre estas aplicações, o autor destaca o uso de tecidos de fibra de coco como uma alternativa na contenção de encostas, em substituição a tecidos de fibras sintéticas. Destaca-se o uso desta fibra em função de sua biodegradabilidade que permite que o tecido em si seja completamente integrado ao ambiente e depois de certo tempo, não venha causar qualquer contaminação ao solo.

D'Almeida (2004) acrescenta a análise sobre fibras lignocelulósicas se referindo as mesmas como sendo biodegradáveis, e, além disso, definindo as mesmas como grandes, renováveis, custo baixo quando comparadas às fibras sintéticas e neutras em relação a emissão de CO₂. Segundo este mesmo autor, a questão do custo ser inferior ao das fibras sintéticas, por si só evidencia a extrema importância, e coloca as fibras lignocelulósicas em total coerência com o Protocolo de Kioto.

Diante dessas características observam-se grupos multinacionais introduzindo o uso de fibras lignocelulósicas em seus produtos. Assim, atualmente, interiores de cabines de automóveis e caminhões, bem como capacetes de construção civil vêm sendo fabricados usando fibras lignocelulósicas (Schuh, 2006).

Ainda segundo Schuh (2006), os trabalhos realizados têm como objetivo de criar novas opções para a substituição de fibras sintéticas como, fibras de carbono, fibras de vidro, fibras de boro, aramida, etc. por fibras naturais. Dentre as matérias primas naturais podem-se citar o bagaço de cana, o sisal, a juta, o curauá, o linho e a bananeira como principais fontes para a fabricação de fibras naturais que podem

ser usadas como reforço em materiais compósitos de matriz polimérica.

O interesse pelo uso de fibras lignocelulósicas está relacionado à suas propriedades e características destacando seu baixo custo, baixa densidade, boas propriedades mecânicas, flexibilidade no processamento e uso de sistemas simples quando o tratamento da superfície é necessário (D'Almeida, 2004). A Tabela 2.3 mostra, alguns valores de propriedades mecânicas das fibras lignocelulósicas mais empregadas. Valores para a fibra de vidro-E também são incluídos, de modo a ficar claro a diferença da faixa de valores que é reportada quando se trabalha com uma fibra sintética ou com uma fibra natural.

| FIBRA | σ (MPA) | E (GPA) |
|-----------|----------------|----------|
| Juta | 550-900 | 17-26 |
| Sisal | 400-700 | 9 20 |
| Rami | 870 | 128 |
| Coco | 106-270 | 3 - 6 |
| Banana | 529 – 800 | 7,7 – 32 |
| Cânhamo | 180 – 250 | 2.6 |
| Vidro – E | 1750 | 70 |

Tabela 2.3 – Propriedades de fibras lignocelulósicas e fibras de vidro. Adaptado de D'Almeida (2004)

No entanto, D'Almeida (2004) alerta para fatores que dificultam o uso de fibras lignocelulósicas, tais como seu baixo módulo elástico, termoplasticidade, susceptibilidade à degradação microbológica e falta de estabilidade dimensional. Acrescenta a estes fatores à alta absorção de umidade, além de problemas de ordem biológica uma vez que por serem naturais estas fibras ficam sujeitas à ação de fungos e microorganismos e a incompatibilidade entre a interface matriz reforço.

Salvo algumas exceções a utilização de fibras naturais em um compósito atua muito mais com uma função de carga de material reciclado e de baixo custo do que com o objetivo de em reforçá-lo mecanicamente de forma significativa, uma vez que as propriedades mecânicas das fibras naturais são geralmente inferiores as fibras sintéticas (Mohanty; Misra; Drzal, 2002)

Entre os setores industriais que fazem uso de fibras naturais destaca-se o setor automobilístico, que estima um crescimento de aproximadamente 20% no

emprego de componentes baseados em compósitos reforçados com fibras naturais (Sudell et al, 2002).

Vale dizer que além das características físicas e macroscópicas de maior interesse, que são aquelas relacionadas do comportamento dos compósitos: dimensão, volume de vazios e absorção de água, resistência à e módulo de elasticidade, a composição química destas fibras também representa interesse científico em função de apresentar uma grande variação não só para cada tipo de fibra, como também para cada região, onde a mesma foi cultivada, ou mesmo pelos produtos agroquímicos utilizados (Sosa Griffin, 1994; Agopyan e Savastano Jr, 1997). Sobre a composição química das fibras lignocelulósicas, Bledzki e Gassan (1996) apresentam uma tabela esclarecedora sobre esse assunto. Tabela 2.4, a seguir.

| TIPO DE FIBRA | SISAL | COCO | PIAÇAVA | RAMI | JUTA |
|------------------|---------|-----------|---------|------|-----------|
| Celulose | 67- 68 | 36-43 | 82,7 | 68,6 | 61-71,5 |
| Hemicelulose | 10-14,2 | 0.15-0,25 | 5,7 | 13,1 | 13,6-20,4 |
| Lignina | 8-11 | 41-45 | 45 | 0,6 | 12-13 |
| Pectina | 10 | 3-4 | 5,7 | 1,9 | 0,2 |
| Solúveis em água | 16,2 | ---- | 1,0 | 5,5 | 1,1 |
| Cera | 2 | ---- | 0,6 | 0,3 | 0,5 |
| Teor de unidade | 11,0 | ---- | 10,0 | 8,0 | 12.6 |

Tabela 2. 4: Composição química provável de algumas fibras vegetais (% Peso). Adaptado de (Bledzki e Gassan, 1996).

Quando se observa separadamente as fibras lignocelulósicas de forma individual é possível destacar características que se sobrepõem em comparação a outras fibras lignocelulósicas utilizadas em compósitos poliméricos.

Segundo Satyanarayana; Guimarães; Wypych (2007) a fibra de Rami se destaca por sua resistência à tração, da ordem de 700 MPa, comparável à das fibras mais resistentes de sisal e juta.

Amico et al (2001) destaca a fibra de sisal em função de ser caracterizada como uma lignocelulósica leve e atóxica, que apresenta alto módulo de elasticidade e resistência específica considerável, custando, aproximadamente, dez vezes menos que a fibra de vidro.

No caso da fibra de buriti, além de outras características uma das vantagens é a sua resistência à tração, que pode alcançar 500 MPa, superior até a das fibras de sisal e juta. Potencialmente compósitos com fibras de buriti poderiam ser usados para fabricar painéis para construção civil e mobiliário, reforçando a matriz polimérica com fibras longas e alinhadas de buriti (Santos, Silveira e Souza, 2007).

Zah; Leão, Braum (2007) destacam em particular, que a utilização de fibras contínuas e alinhadas de curauá como reforço de matriz poliéster permitiu que fossem fabricados compósitos com resistência mecânica da ordem de 100 MPa. Sua aplicação na indústria automobilística tem sido na fabricação de pára-sóis de caminhão. Fibras picadas de curauá estão sendo misturadas com sobras de cobertores e tapetes descartadas pela indústria têxtil para reforçar matriz de polipropileno em compósitos utilizados no teto, bem como na parte interna do compartimento de bagagem de automóveis como o Fox e o Pólo da Volkswagen do Brasil.

A fibra de coco se destaca pela utilização como isolante térmico de baixo custo. Outra utilização da fibra de coco refere-se à confecção de fibra de carvão ativado a partir de fibra de coco com o objetivo de reutilizar o despejo da água industrial. O desempenho da fibra de coco em biofiltros também foi avaliado sob estado estacionário e em concentrações de amônia na escala de 45-300 ppm. Compósitos de fibras mecanicamente extraídas da camada externa do coco, tanto o verde quanto o seco, são atualmente bastante usados em painéis e estofamentos de automóveis Kochhar e Manohar (1997); Gabriel; Maestre; Martin; Gamisans; Lafuente (2007).

2. 4. A FIBRA DE PIAÇAVA

A palmeira *Attalea funifera Martius*, conhecida por piaçava ou piaçaba, é espécie nativa e endêmica do sul do Estado da Bahia. O nome vulgar piaçava é de origem tupi, traduzido como “planta fibrosa” com a qual se faz utensílios caseiros (John, 1996).

As palmeiras, em geral, produzem fibras longas, resistentes, rígidas, lisas, de textura impermeável e de alta flexibilidade, essa palmeira se desenvolve bem em solos de baixa fertilidade e com características físicas inadequadas para a exploração econômica de muitos cultivos. A figura 2.5 apresenta a Palmeira, a fibra de piaçava e micrografia da fibra de piaçava.

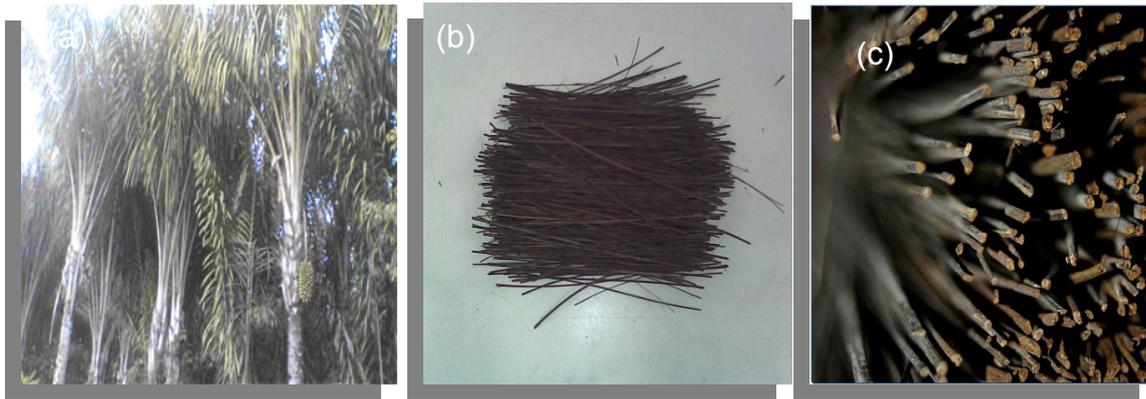


Figura 2.5 – (a) Palmeira do Estado da Bahia, Brasil; (b) Fibra de Piaçava; (c) Micrografia eletrônica da Fibra de Piaçava

As características estruturais da fibra de piaçava estão relacionadas à natureza da celulose e à sua cristalinidade, assim, as fibras vegetais podem ser consideradas como compósitos de fibrilas de celulose mantidas coesas por uma matriz constituída de lignina e hemicelulose, conforme demonstrado na figura 2.6.

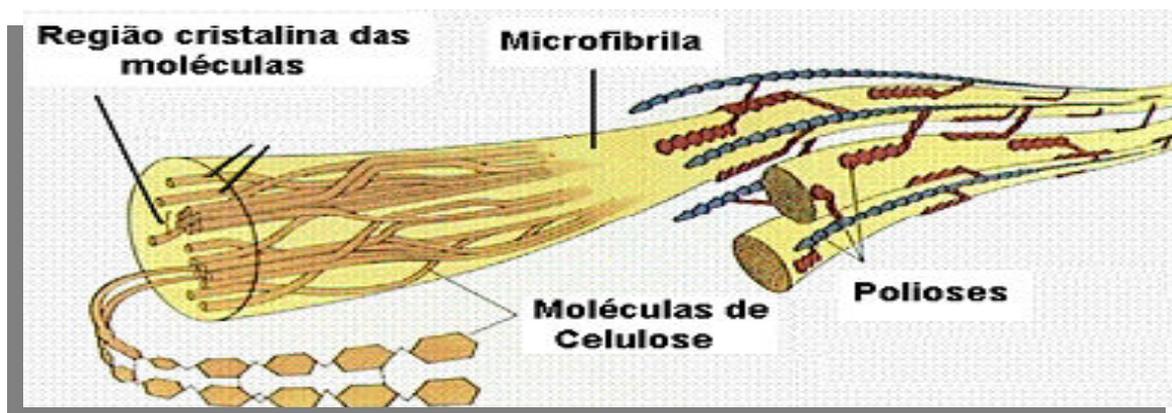


Figura 2.6 - Características estruturais da fibra de piaçava
Fonte: Miranda (2009)

O plantio da piaçaveira apresenta-se como uma boa opção em função da necessidade de poucos recursos financeiros para o plantio, a manutenção e exploração,

Entre as utilidades da piaçaveira podemos citar: a fabricação de vassouras, enchimento nos assentos de carros, cordoaria, escovões, cera vegetal, óleos diversos entre outros. O resíduo obtido de sua limpeza, o qual é conhecido como bagaço, fita ou borra, serve para cobertura de casas nas zonas rural e urbana, conforme mostrado na figura 2.7.

| | | | |
|---|---|---|---|
|  |  |  |  |
| Extrativa do da fibra e borra de Piçava. | Vassoura. | Cobertura de casas | Separação das Fibras de Piçava em mechas para comercialização. |

Figura 2.7 – Utilização dos resíduos obtidos com Piçava
Fonte: Agrela et al (2009)

As árvores de piçava são colhidas anualmente, este prazo se dá em função da necessidade de se obter fibras mais longas e de melhor valor comercial. Embora se observa a colheita em todas as épocas do ano nas áreas produtoras. Esta planta tem a fase de colheita mais apropriada no período de março a setembro, uma vez que nos meses mais quentes, a fibra colhida fica menos flexível. Ressalta-se o fato de que uma planta de piçaveira pode render de 8 a 10 kg/ano e o tempo de exploração prolonga-se por 20 anos (John, 1996).

A piçava é apresentada em fardo com pesos variáveis. Os fardos com fibras longas são comercializadas para o mercado externo, enquanto os de fibras curtas, denominadas “tocos”, são utilizados na indústria de vassouras. Já a produção de fibras se destina em grande parte para outras unidades da Federação e para países como Estados Unidos, Reino Unido, Portugal, Bélgica, Holanda, Alemanha e Argentina.

Ainda segundo John (1996), o custo para a comercialização da piçava inclui despesas com limpeza, transporte e arrumação em fardos. No entanto, de acordo com Casali, no baixo sul da Bahia, o rendimento proporcionado pela piçaveira é superior ao obtido com culturas perenes como seringueira, cacau, cravo-da-índia, dendê, coco, macadamia, mamão, mandioca, pupunha, cupuaçu, citrus. O que torna a atividade rentável para o produtor e também para o trabalhador (colhedor), que consegue extrair da atividade um rendimento médio. O que demonstra a importância da produção de piçavas do ponto de vista social, pois nas áreas produtoras, centenas de empregos são mantidos nos depósitos de piçava, onde é feito o seu beneficiamento, assegurando o sustento de muitas famílias.

2.5. MATERIAIS POLIMÉRICOS

Segundo Lubin (1969) a origem dos materiais poliméricos advém da Antiguidade, contudo, sua utilização baseava-se somente em materiais poliméricos naturais. Este fato, segundo o autor, pode ser explicado em função da necessidade de tecnologia sofisticada requerida para o processo da síntese, tecnologia esta que envolve reações de química orgânica cujo estudo iniciou-se somente no século XIX.

O século XX representa um marco no processo de polimerização, pois permitiu que polímeros pudessem passar pelo processo de síntese a partir de seus meros. Os polímeros destacam-se pela sua facilidade de conformação, baixa massa específica e, na maioria dos casos, alta resistividade elétrica (Neto e Pardini, 2006). Os polímeros puros são muitas vezes conhecidos como resinas poliméricas, assunto que será abordado no item 2.5.1, a seguir:

2.5.1. RESINAS

As principais resinas utilizadas em painéis artificiais de madeira são: fenol-formaldeídos, aminas com destaque para poliéster e epóxi (Ullmann's Encyclopedia) sendo estas as mais comuns comercialmente (Encyclopedia of Chemical Technology, 1998).

Segundo Askeland (1985), os produtos obtidos com resinas fenólicas são menos solúveis em água, porém a sua cor enegrecida oferece menor possibilidade de padronagem para construção civil (Askeland, 1985).

Este mesmo autor indica que os produtos obtidos com resinas uréia-formaldeído (UF), embora solúveis em água dominam a produção de painéis de madeira. As resinas melaminas-formaldeídos não são solúveis em água e formam os plásticos com maior resistência a abrasão sendo usado para produção de utensílios domésticos (pratos, mesas, etc.). Porém, possui alto custo, o que reduz o seu mercado.

Nos painéis de partículas de bagaço, as partículas se aglutinam com diversos tipos de resinas, de acordo com o seu destino final. Para a indústria de

móveis e outras aplicações em interiores se emprega a resina uréia-formaldeído (UF), sendo que as resinas fenólicas e as de melamina são utilizadas, geralmente para painéis que serão expostos a altos níveis de umidade e em exteriores. A nível mundial se vem estudando vários métodos para diminuição do conteúdo de formaldeído nos painéis produzidos com resina UF, pela toxicidade que a mesma provoca (Aquino, 2003).

A resina poliéster tem suas aplicações mais comuns em compósitos reforçados com fibra de vidro. Esta resina apresenta diversas propriedades de engenharia que o tornam adequado a inúmeras situações práticas como, por exemplo: alta resistência por unidade de peso, resistência ao impacto, estabilidade dimensional, boa resistência química e às intempéries, facilidade de fabricação e boa dureza superficial (Mallick, 1993).

Os produtos obtidos com a resina poliéster constituem-se em um dos polímeros termofixos mais largamente usados na indústria devido a sua grande versatilidade e boas propriedades mecânicas a um custo relativamente baixo. A resina poliéster apresenta ainda boa estabilidade dimensional e é de fácil manuseio (Mallick, 1993).

A tabela 2.5, apresentada a seguir, ilustra as principais características e limitações das resinas termorrígidas mais comumente utilizadas (Aquino, 2003).

| RESINA | CARACTERÍSTICAS | LIMITAÇÕES |
|------------------|---|--|
| Epóxi | <ul style="list-style-type: none"> - excelente propriedade em compósitos - muito boa resistência química e propriedades elétricas - boas propriedades térmicas - baixa contração na cura | <ul style="list-style-type: none"> - longos ciclos de cura - melhores propriedades obtidas em altas temperaturas de cura |
| Fenólica | <ul style="list-style-type: none"> - ótimas propriedades térmicas - boa resistência ao fogo - boas propriedades elétricas | <ul style="list-style-type: none"> - cor |
| Poliéster | <ul style="list-style-type: none"> - amplamente utilizada - fácil uso - cura a temperatura ambiente - ótimas propriedades em compósitos - boa resistência química - boas propriedades elétricas | <ul style="list-style-type: none"> - emissão de estireno - contração durante a cura - inflamável |
| Poliamida | <ul style="list-style-type: none"> - excelentes propriedades térmicas - boas propriedades em compósitos - boa resistência ao fogo - boas propriedades elétricas | <ul style="list-style-type: none"> - cor |

| | | |
|--------------------|--|--|
| Poliuretano | <ul style="list-style-type: none"> - boas propriedades em compósitos - muito boa resistência química - alta dureza (resistência ao impacto) - boa resistência a abrasão | <ul style="list-style-type: none"> - cor - isocianetos como agentes de cura |
| Silicone | <ul style="list-style-type: none"> - ótimas propriedades térmicas - excelente resistência química - ótimas propriedades elétricas - resistente a hidrólise e oxidação - boa resistência ao fogo - não tóxico | <ul style="list-style-type: none"> - adesão - longos ciclos de cura - cura somente a altas temperaturas |
| Vinil ester | <ul style="list-style-type: none"> - boa resistência à fadiga - excelentes propriedades em compósitos - muito boa resistência química - boa dureza | <ul style="list-style-type: none"> - emissão de estireno - contração durante a cura - inflamável |

Tabela 2.5 - Principais Características e Limitações das Resinas Termorrígidas
Fonte: Adaptado de Aquino (2003)

Já a resina epóxi líquida possui baixa viscosidade e rapidamente se converte à fase termofixa pela mistura de agentes de cura apropriados. Estas resinas possuem uma combinação das seguintes propriedades: baixa viscosidade da resina e de seu endurecedor (fácil manuseio); podem ser curadas rapidamente na faixa entre 5 a 150° C, dependendo do agente utilizado; baixa contração durante a cura (aproximadamente 3%), outras resinas como fenólicas e acrílicas liberam água e apresentam alta contração; alta adesão; alto isolamento elétrico ; boa inércia química – as resinas epóxi curadas, dependendo do agente de cura, possuem boa resistência a ácidos e reagentes cáusticos e versatilidade, sendo por isso utilizadas para inúmeras aplicações, sendo a principal delas em compósitos de fibras (Cantwell e Morton, 1991).

2. 5.1.1 RESINAS EPÓXI

Resinas Epóxi são uma das mais importantes classes de polímeros termoestáveis usados para aplicações estruturais ou como adesivos, pois mostram alta força de tensão e módulo, fácil processamento, boa resistência química e térmica.

Segundo Cantwell (1997), a alta adesão apresentada por estes polímeros é consequência da polaridade dos grupos éteres e hidroxilas alifáticas que, freqüentemente, constituem a cadeia da resina inicial e a rede do sistema curado. A polaridade desses grupos serve para criar forças de interação entre a molécula epóxi e a superfície adjacente a ela, otimizando o seu uso como adesivo e

revestimento. Como matriz em compósitos, a existência desses grupos polares minimiza problemas relativos à interface resina/reforço.

Todas as características destacam as resinas epóxi das outras resinas termorrígidas, e os esforços para melhorar o desempenho dos produtos existentes através de modificadores de impacto elastoméricos e/ou termoplásticos, podem criar uma demanda por novas aplicações comerciais.

A resina epóxi líquida possui baixa viscosidade e rapidamente se converte à fase termofixa pela mistura de agentes de cura apropriados. Estas resinas possuem uma combinação das seguintes propriedades: baixa viscosidade da resina e de seu endurecedor (fácil manuseio); podem ser curadas rapidamente na faixa entre 5 a 150° C, dependendo do agente utilizado (Lee e Nevile, 1967); baixa contração durante a cura (aproximadamente 3%), outras resinas como fenólicas e acrílicas liberam água e apresentam alta contração; alta adesão; alto isolamento elétrico boa inércia química – as resinas epóxi curadas, dependendo do agente de cura, possuem boa resistência a ácidos e reagentes cáusticos e versatilidade, sendo por isso utilizadas para inúmeras aplicações, sendo a principal delas em compósitos de fibras (Aquino, 2003).

Hoje em dia as resinas epóxis são utilizadas por uma infinidade de aplicações. Revestimento interno de embalagens de cerveja, refrigerante, cítricos, etc, são a base de resina epóxi. Placas de circuito impresso, a mainboard do computador, encapsulamentos de componentes, pisos industriais, pranchas de surfe, tintas anticorrosivas, pintura em pó também usam epóxi como base.

Entretanto, em muitas aplicações, sua baixa resistência à fratura é a sua maior deficiência. Após a cura, os sistemas epóxi apresentam pequena contração, em média na ordem de 2%. Este comportamento indica que para formar o sistema curado é necessário um baixo grau de rearranjo molecular. Quanto à estabilidade química, o epóxi é um dos termorrígidos mais inertes e possui boa estabilidade dimensional em serviço (Tanaka, 2002).

Ainda segundo Tanaka (2002) a alta adesão por estes polímeros é consequência da polaridade dos grupos éteres e hidroxilas alifáticas que, frequentemente, constituem a cadeia da resina inicial e a rede do sistema curado. A polaridade desses grupos serve para criar forças de interação entre a molécula epóxi e a superfície adjacente a ela, otimizando o seu uso como adesivo e revestimento. Como matriz em compósitos, a existência desses grupos polares

minimiza problemas relativos à resina/reforço.

2. 6 COMPÓSITOS DE FIBRAS DE PIAÇAVA

Encontra-se na literatura informações relacionadas a compósitos poliméricos reforçados com fibras de piaçava. Entretanto, no que se refere a compósitos poliméricos epoxídicos reforçados com fibras de piaçava poucas informações são obtidas. O conhecimento científico sobre este compósito apresenta uma variedade de informações como análises mecânicas e químicas de compósitos de piaçava que são analisadas e comparadas com outras fibras trabalhadas, tendo com destaque compósitos com matriz poliéster isofitálica. Esta carência de estudos relacionados ao tema referido neste trabalho o torna relevante para ciência e inédito em termos da abrangência dos objetivos propostos.

Em recente trabalho realizado por Aquino, D`Almeida e Monteiro (2002) foi procedida uma investigação relativa ao emprego de resíduos de fibra natural: piaçava, como fase reforçadora em compósitos de matriz polimérica, o trabalho utilizou a resina poliéster como matriz e demonstrou que o reforço acarretado pelas fibras de piaçava tende a melhorar a resistência mecânica dos compósitos à base de matriz polimérica. A tenacidade relativamente boa das fibras de piaçava tem um papel de dificultar a fratura dos compósitos desde que haja boa adesão entre as fibras e a matriz polimérica.

Neste trabalho foi verificado pelos autores que a fibra da piaçava tem aproximadamente 14% de umidade, contêm 0,8% de resíduo mineral, 0,7% de extrativos, 45% de lignina e 28,6% de celulose. A análise dos elementos presentes nas fibras mostra 54,5% de carbono, 5,84% de oxigênio e 0,52% de nitrogênio. E, que, por estas características, a piaçava poderia ser utilizada como reforço em compósitos.

Também foram analisados aspectos da superfície longitudinal da fibra, onde foi observada uma morfologia homogênea com a presença de estruturas lineares longitudinais e “tyloses”, ricas em Si, com extrusões. Características essas importantes para a melhor aderência entre a resina e a matriz. As figuras 2.8 (a), (b), (c), (d) e (f) ilustram as características da fibra de piaçava.

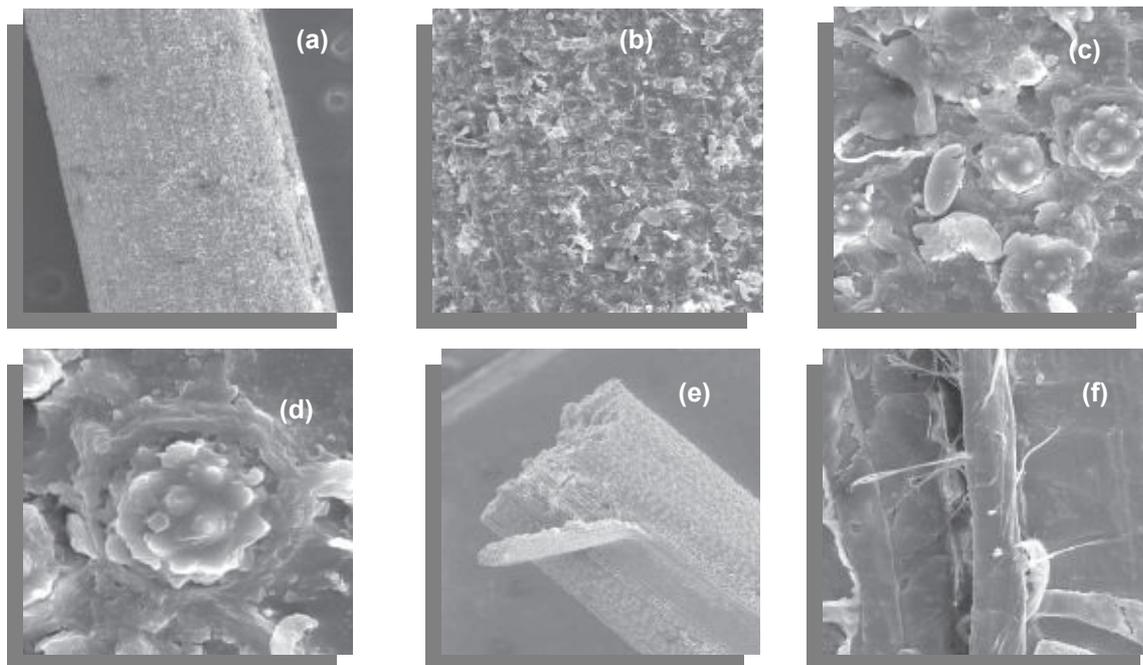


Figura 2.8 – Aspectos morfológicos da fibra de piçava: (a) Aspecto geral da superfície da fibra de piçava, aumento 200x; (b) Presença de estruturas lineares longitudinais, aumento 50x; (c) Presença de estruturas lineares, com destaque para os “tyloses”, aumento 1000x; (d) Detalhe da protusão, aumento 2000x; (e) Superfície da fibra com pequena fibrila sendo arrancada após fratura em tração e (f) Detalhe do desprendimento da fibrila, aumento 500x

A tabela 2.6 apresenta os resultados obtidos para o compósito observando a disposição das fibras de piçava: longitudinalmente e transversalmente na matriz polimérica. Percebeu-se uma forte influência desta disposição das fibras sobre a tensão de ruptura em flexão dos compósitos. Os resultados indicaram que as fibras dispostas longitudinalmente ao eixo do compósito atuam efetivamente como reforço para a matriz.

| Propriedade do compósito | Disposição das fibras no compósito | |
|--------------------------|------------------------------------|-------------|
| | Longitudinal | Transversal |
| Tensão (MPa) | 40,8 ±8,3 | 6,75±2.1 |

Tabela 2.6 – Comparação da influência da disposição das fibras nas propriedades mecânicas dos compósitos fabricados sem pressão de moldagem com carga de piçava e matriz polimérica. Fonte: Adaptado de Aquino, D’Almeida e Monteiro (2002)

A tabela acima mostra a variação da tensão de flexão em função do percentual da carga/reforço (piçava) utilizada no compósito, onde foi possível observar que de acordo com o esperado, a partir das equações de micromecânica de materiais compósitos, há um aumento da resistência com o aumento da fração de piçava empregada.

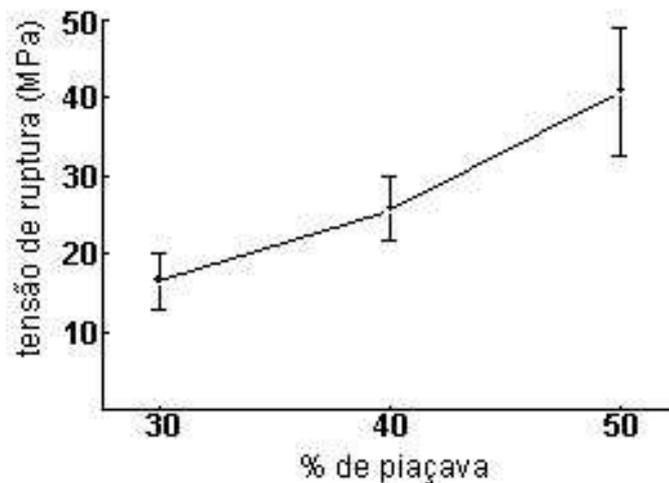


Figura 2.9 - Variação da tensão de flexão em função do percentual de piaçava como carga.

Em estudo desenvolvido por D`Almeida et al. (2006) foi avaliado o efeito do tratamento de mercerização sobre o comportamento dinâmico-mecânico de um compósito com matriz poliéster isoftálica. Os resultados obtidos foram comparados com as propriedades de compósitos reforçados por fibras brutas e com a matriz sem reforço revelaram que o tratamento superficial das fibras de piaçava com NaOH não melhorou a interação das fibras com a resina poliéster isoftálica.

A tabela 2.7 apresenta os valores de $\tan \delta$ e T_g para a resina poliéster sem reforço e seus compósitos.

| MATERIAL | TAN Δ | TG ($^{\circ}$ C) |
|-------------------------------|-------------------|--------------------|
| Resina Pura | $0,826 \pm 0,025$ | $88,4 \pm 1,7$ |
| Fibra Bruta | $0,397 \pm 0,095$ | $80,8 \pm 0,7$ |
| Fibra Tratada com 2% de NaOH | $0,410 \pm 0,032$ | $80,3 \pm 2,2$ |
| Fibra Tratada com 5% de NaOH | $0,408 \pm 0,020$ | $81,9 \pm 0,5$ |
| Fibra Tratada com 10% de NaOH | $0,408 \pm 0,036$ | $81,0 \pm 0,7$ |
| Fibra Tratada com 15% de NaOH | $0,430 \pm 0,033$ | $86,5 \pm 1,0$ |

Tabela 2.7 – Valores de $\tan \delta$ e T_g para a resina poliéster sem reforço e seus compósitos.

A tabela 2.8 mostra os valores obtidos para o módulo de armazenagem (E) para a resina poliéster e seus compósitos.

| Material | E'(30°C) | E'(160°C) | E'(E''máx) | E'(tan δ máx) |
|-------------|------------|-----------|------------|---------------|
| Resina pura | 1398 ± 268 | 16 ± 2 | 674 ± 86 | 69 ± 7 |
| Bruta | 1320 ± 48 | 104 ± 24 | 767 ± 63 | 412 ± 123 |
| 2% | 1380 ± 123 | 85 ± 13 | 707 ± 45 | 360 ± 69 |
| 5% | 1441 ± 122 | 113 ± 12 | 869 ± 70 | 439 ± 43 |
| 10% | 1621 ± 163 | 99 ± 3 | 909 ± 119 | 393 ± 61 |
| 15% | 1419 ± 155 | 96 ± 10 | 789 ± 115 | 358 ± 62 |

Tabela 2.8 – Valores de E' (MPa) para resina poliéster e seus compósitos

Os valores obtidos na tabela 2.8 são ilustrados na figura 2.10 a seguir.

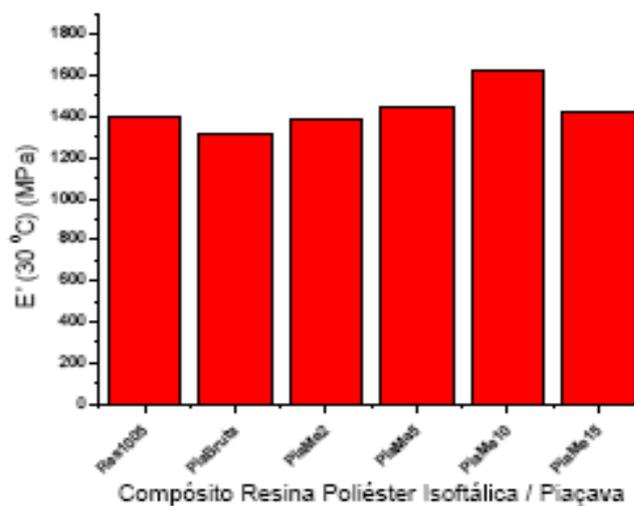


Figura 2.10 – Comparação dos valores de E' a 30 °C para a resina poliéster isoftálica sem reforço e para os compósitos reforçados por fibras de piaçava.

A figura 2.11, em seqüência, apresenta os valores obtidos para o módulo de perda da resina poliéster sem reforço e para os compósitos de piaçava.

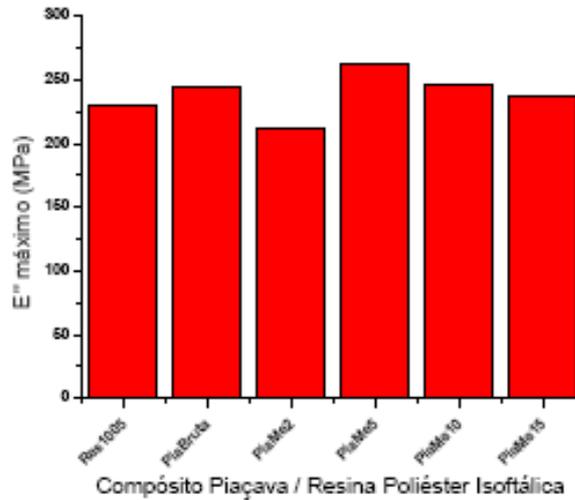


Figura 2.11 – Valores de E'' para a resina sem reforço e para os compósitos de piaçava.

Estudos foram realizados visando avaliar os métodos de realização interpretação de ensaios de pullout em fibras lignocelulósicas, em especial fibras de piaçava embutidas em resina poliéster (Monteiro, D`Almeida, 2006). Os resultados obtidos destacam que ensaios de escorregamento de fibras embutidas em cápsulas simulando o material da matriz, conhecidos como pullout, apresentam resultados mais complexos do que os previstos originalmente por Kelly (1965) que os idealizou. Além disso, as curvas de pullout mostram inconsistência se forem considerados somente dois trechos lineares, sendo o último horizontal, para maiores comprimentos embutidos, associado à tensão de ruptura da fibra.

A figura 2.12, a seguir, revela que o comprimento crítico e a tensão cisalhante interfacial foram então obtidos para o simples procedimento de dois trechos lineares proposto por Kelly e Tyson (1965), resultado similar foi encontrado por Aquino (2005)

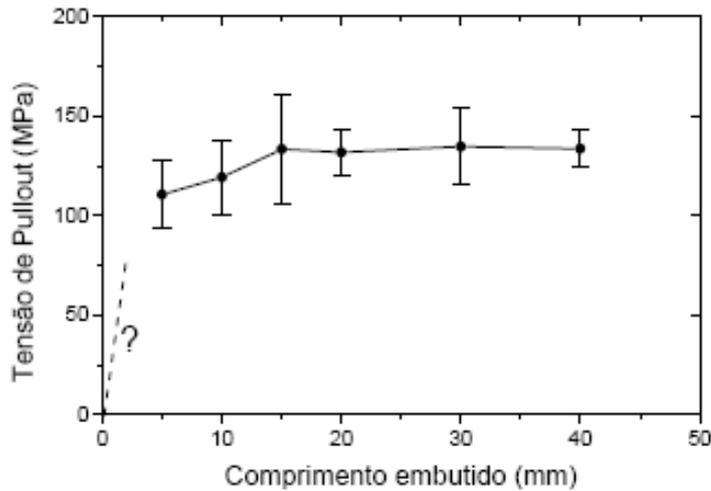


Figura 2.12 – Curva de *pullout* de piaçava/poliéster com respectivos desvios padrão em cada ponto.

A tenacidade ao entalhe nos compósitos com resina poliéster e fibras contínuas e alinhada de piaçava foi estudada por Monteiro, Aquino, Lopes e D’Almeida (2006), os resultados obtidos revelaram que compósitos de piaçava apresentam tenacidade ao entalhe comparativamente superior ao de outros compósitos poliméricos de fibras naturais.

A figura 2.13, a seguir, mostra a curva de variação da energia de impacto Charpy com a quantidade de fibra de piaçava no compósito.

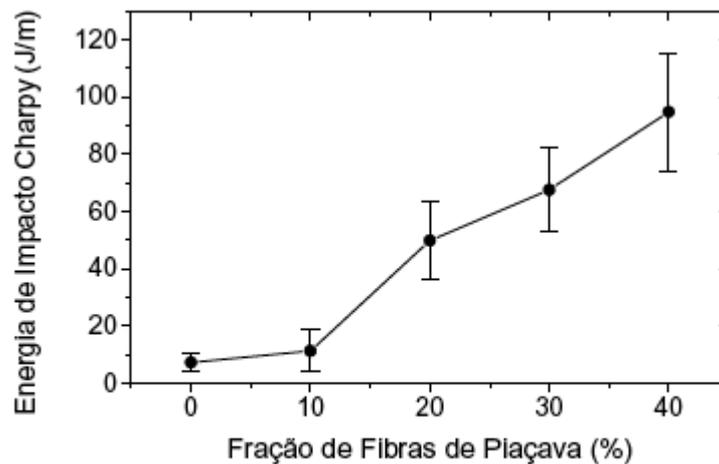


Figura 2.13 – Energia de Impacto Charpy em função de volume de peso de fibras de piaçava.

Monteiro (2009) realizou uma análise crítica sobre as propriedades estruturais da piaçava espécie (*Attalea Funifera*) como reforço para materiais compósitos, em especial compósitos com matriz poliéster. Este trabalho reuniu 46

publicações referentes abordando aspectos estruturais das fibras de forma isolada, assim como dos compósitos com elas constituídos, também foram analisadas propriedades mecânicas deste compósito, dentre elas: flexão, tração e impacto, além das propriedades térmicas deste material.

Através da análise dos artigos publicados sobre compósitos poliméricos reforçados com fibras de piaçava, Monteiro (2009) relata que novos resultados foram obtidos sobre o melhor comprimento e diâmetro da fibra piaçava para que as mesmas sejam consideradas eficazes como reforço. Os estudos confirmaram as características de não uniformidade da espécie *Attalea funifera*, tanto entre fibra individual, quanto entre os lotes distintos, compostos por um grande número de fibras. As características morfológicas da superfície da fibra, em especial as protulsões são ricas em silício, característica que pode representar um papel duplo em um reforço de compósito. Se mantido na posição, as protusões favorecem a aderência interfacial com uma matriz polimérica.

Além disso, forma destacados na superfície da fibra que as protulsões deixam um buraco que pode atuar como falha e poderia contribuir para nuclear uma trinca interfacial pela concentração de tensão. Percebe – se que a fratura de tração é associada com diferentes modos de ruptura das fibrilas individuais que compõe a fibra. Dois desses modos, ruptura helicoidal e longitudinal, resultam em grandes áreas de superfície e aumento da energia mecânica correspondente, que contribuem para o desempenho mecânico, especialmente a tenacidade, de um compósito reforçado.

2. 7. CONSIDERAÇÕES COMPLEMENTARES

Esse capítulo procurou expor em linhas gerais o conceito de materiais compósitos e suas fases constituintes. Em um primeiro nível, descreveu-se aspectos mais gerais do estudo desses tipos de materiais, tais como, a importância dos materiais compósitos e suas características mercadológicas. Em seguida, voltou-se a atenção para a descrição dos compósitos polimérico, destacando-se o foco sobre o reforço com fibras, suas propriedades, bem como de suas características mais gerais. Por fim, encerrou-se o capítulo com uma discussão acerca dos compósitos poliméricos reforçados com fibras de piaçava.

Isto posto, no capítulo que se segue apresenta-se a metodologia utilizada para o desenvolvimento do material proposto nesta tese de doutoramento, bem

como sua relevância para a compreensão do que deseja caracterizar enquanto metodologia correta para a confecção de compósitos epoxídicos reforçados com fibras de piaçava.

CAPITULO III - METODOLOGIA

Esse capítulo tem o objetivo apresentar os métodos utilizados para associar fibras de piaçava à resina epóxi. Para tal, ele será dividido em dez seções: na primeira, será abordada a matéria-prima e sua caracterização, na segunda aborda-se a matriz polimérica destacando as resinas utilizadas para a confecção da mesma. Na terceira seção realiza-se uma análise química das Fibras de Piaçava, em seqüência, na quarta seção são abordados ensaios mecânicos realizados, a quinta seção se volta para a caracterização morfológica das fibras. Finalmente, a sexta seção aborda os critérios utilizados para a preparação dos corpos de prova, em seqüência são abordadas a caracterização física, análise térmica do compósito, correspondendo às seções sete, oito e nove, respectivamente.

3.1 – FLUXOGRAMA

Para que se tenha uma idéia geral das alternativas de produção de materiais compósitos a partir da fibra de piaçava, a metodologia deste trabalho usará como base o fluxo de processamento mostrado no diagrama, ilustrado na figura 3.1.

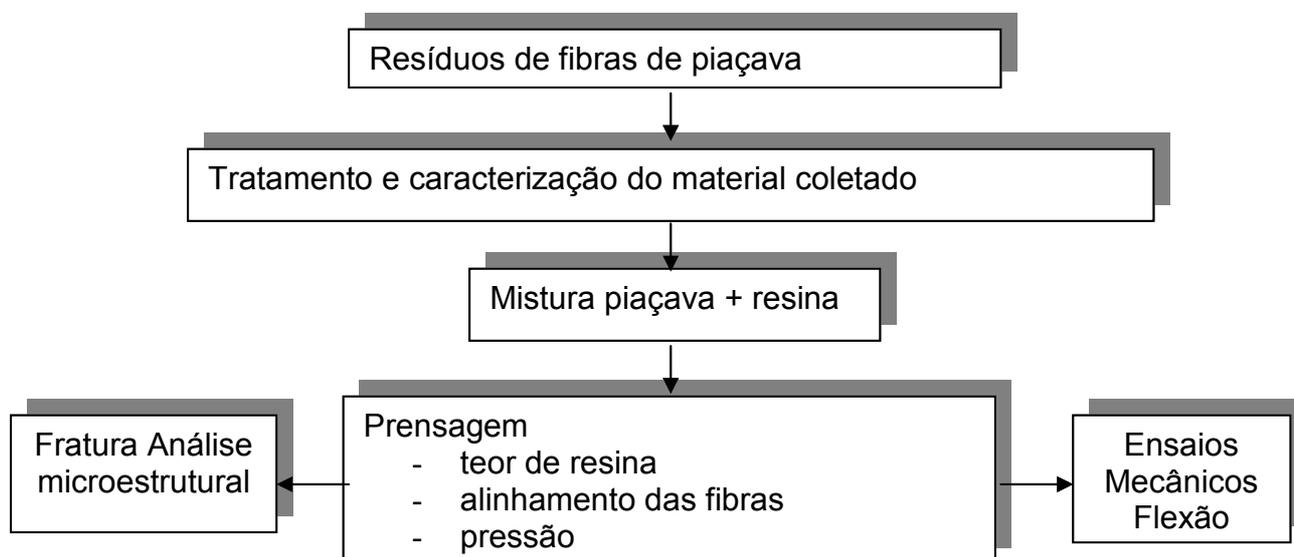


Figura 3.1 – Fluxo de processamento do compósito de piaçava
Fonte: Adaptado de AQUINO, 2003.

3.2 - MATÉRIAS PRIMAS

Tabela 3.1 - Produtos Primários e sua função no Compósito Polimérico

| PRODUTOS PRIMÁRIOS | FUNÇÃO |
|--|-------------|
| Piaçava – Espécie <i>Attalea Funifera Mart</i> | CARGA |
| Resina epoxídica - tipo éter diglicidílico do bisfenol A (DGEBA) | MATRIZ |
| Endurecedor trietileno tetramina (TETA) | CATALISADOR |

Fonte: Própria

3.2.1 - A FIBRA DE PIAÇAVA

As fibras longas de piaçava foram adquiridas como resíduos em uma fábrica de vassouras localizada na cidade de Campos dos Goytacazes.

A Figura 3.2 ilustra o aspecto das fibras de piaçava utilizadas em recentes publicações de pesquisa (Monteiro, et al 2007).



Figura 3.2: Mecha de Fibras de Piaçava.
Fonte: Adaptado de Monteiro et al (2007).

Do lote adquirido realizou-se uma: classificação em relação ao diâmetro, comprimento e caracterização físico-química da fibra (Spinace et al, 2009).

3.2.1.1 - CARACTERIZAÇÃO DIMENSIONAL DA FIBRA DE PIAÇAVA

Para a caracterização dimensional da fibra de piaçava retirou-se aleatoriamente 100 fibras e efetuaram-se medidas de diâmetro em um projetor de perfil Nikon modelo 6C, da COPPE/UFRJ, mostrado na figura 3.3. As medidas de diâmetro foram realizadas em 5 posições ao longo da fibra. Em cada posição obteve-se uma segunda medida girando a fibra em 90° e considerando-se a média das duas medidas nesta posição. Este procedimento foi devido ao fato da seção reta da fibra não ser perfeitamente circular. Ou seja, como toda fibra lignocelulósica existe uma excentricidade no diâmetro. O comprimento das fibras medido com o paquímetro. Com base nestas medidas de diâmetro e comprimento das 100 fibras, realizou-se uma análise estatística com elaboração de histogramas de distribuição dimensional e calculo dos diâmetros e comprimento medidos.



Figura 3.3: Projetor de perfil Nikon, utilizado para medir os diâmetros das fibras de Piaçava.
Fonte: Própria

3.2.1.2 – CÁLCULO DA DENSIDADE

A densidade da fibra de piaçava foi determinada através da relação:

$$\rho = \frac{P}{V}$$

Onde:

- ρ = massa específica (g/cm^3);
- P = massa do Corpo de Prova;
- V = Volume do Corpo de Prova.

3.2.1.3. TRATAMENTO QUÍMICO DA FIBRA DE PIAÇAVA

Após um processo de limpeza e secagem em estufa a $60\text{ }^\circ\text{C}$, mechas de fibra de piaçava foram submetidas à mercerização em soluções aquosas de 0,1 e 10% de NaOH durante tempos respectivos de 1 minuto, 1 hora. Fibras também foram mantidas sem tratamento para fabricação de compósitos.

A Figura 3.4 ilustra a aparência de mechas de piaçava com o tratamento mais forte em NaOH 10% por 1 hora.



Figura 3.4: Mechas de fibra de Piaçava com tratamento NaOH 10% por 1 hora.
Fonte: Própria

3.2.2. A MATRIZ POLIMÉRICA

Embora o foco desta tese de doutoramento seja a utilização do polímero termofixo epóxi, o poliéster também foi utilizado para obtenção de ensaios complementares e/ou comparativos, estes polímeros foram utilizados separadamente como matriz dos compósitos, incorporados com fibras de piaçava.

3.2.2.1. RESINA EPÓXI

Utilizou-se a resina epoxídica do tipo éter diglicidílico do bisfenol, a (DGEBA), devidamente misturada ao endurecedor trietileno tetramina (TETA) na proporção estequiométrica correspondente ao $\text{phr} = 13$ (13 partes de endurecedor por 100 partes de resina). Esta proporção estequiométrica em princípio equivale a abertura de todos os anéis epóxi por ligação com as moléculas de amina.

3.2.2.2. RESINA POLIÉSTER

Utilizou-se a resina poliéster insaturada ortoflállica, rígida e de alta viscosidade, não sendo solúvel em água. A resina foi endurecida com 0,5% de catalisador à base de metil-etil cetona.

3.3. ANÁLISE QUÍMICA DAS FIBRAS

Uma das informações mais importantes das fibras é sua composição química, onde as características e especificações das fibras lignocelulósicas são determinantes, para uma boa associação da fibra com a resina (Aquino, 2003).

A informação química das fibras foi inicialmente determinada, por meio da difração de raios-X, Espectrometria de raios-X e teor de celulose, hemicelulose e lignina pelo método de análise gravimétrica de fibras, desenvolvido por Meterns (2002).

3.3.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A estrutura cristalina e composição química das fibras foram inicialmente determinadas por meio da difração de raios-X. Para realizar a análise, uma amostra de piaçava foi triturada. A voltagem aplicada foi de 35 kV e a corrente de 40 mA.



Figura 3.5: Difrator de raios-X Modelo Shimadzu XRD 7000
Fonte: Própria

3.3.2. EDS

A espectrometria de raios-X é um método de análise que se baseia no fato que os elementos químicos emitem a radiação característica. Quando sujeito a radiação provocada por partículas aceleradas ou pela incidência de radiação proveniente de raios-X.

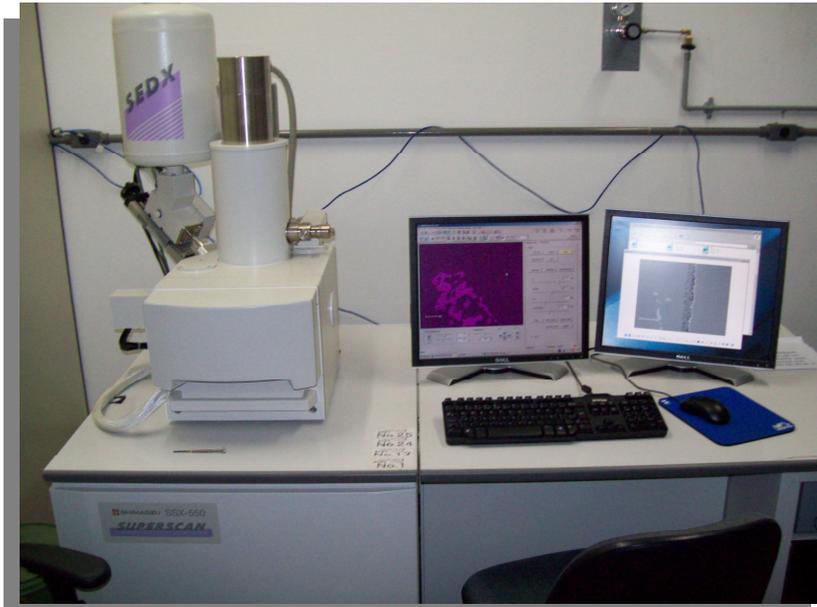


Figura 3.6: MEV: Microscópio Eletrônico de Varredura modelo Shimadzu SSX 550.
Fonte: Própria

3.4. ENSAIO DAS FIBRAS

3.4.1. ENSAIO DE TRAÇÃO

Com o objetivo de caracterizar as propriedades mecânicas da fibra de piaçava foram investigadas suas propriedades a tração.

Para a execução, foi utilizada uma máquina universal Instron modelo 1101, com pressão nas garras pneumáticas de 0,3 MPa, velocidade de 0,1 cm/min e capacidade de 100 kN. Os ensaios serão executados segundo os procedimentos recomendados. Os resultados serão analisados por meio da estatística Weibull.

3.4.1.1. ANÁLISE ESTATÍSTICA DE WEIBULL DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA FIBRA DE PIAÇAVA

Nomeada em homenagem ao professor sueco Walodi Weibull, essa distribuição possui uma ampla utilização (Carvalho, 2007). Weibull demonstrou a capacidade da distribuição para pequenas amostras e sua flexibilidade para fornecer uma utilidade adequada para uma grande variedade de dados estabelecidos (Ferreira et al, 2009; Dias, 2002; Peres & Carvalho, 2003; Portela et al, 2009). Nesta tese a análise de Weibull foi realizada utilizando o programa de computador *Weibull Analysis*.

3.4.1.2. ENSAIO DE PULLOUT

A proposta do ensaio de pullout foi avaliar o comprimento da fibra de piaçava embutida na resina poliéster e epóxi, com o objetivo de estudar a adesão entre a fibra e a matriz polimérica e determinar o comprimento crítico da fibra (Kelly e Tyson, 1965).

Os corpos de prova foram preparados com a resina epóxi e poliéster sobre um molde com diâmetro de 10 milímetros e comprimento do embutimento variando de 5 a 40 milímetros (5, 10, 15, 20, 30, 40 mm) conforme demonstrado nas figuras 3.9 e 3.10.

Os materiais fabricados foram, então, testados em uma máquina de ensaio universal Instron, modelo 1101 com 100kn de capacidade e garras pneumáticas, em ensaio de pullout para determinação da tensão de ruptura. A velocidade do ensaio utilizada foi de 5 mm/min, temperatura de 22 °C e pressão na garra de 0,3 MPa. Em média foram analisados 5 corpos de prova (Monteiro et al, 2006).

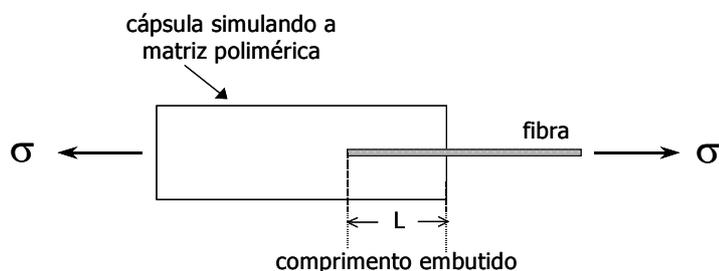


Figura 3.7: Esquema do corpo de prova utilizado no ensaio de pull out.
Fonte: Kelly e Tyson, 1965.

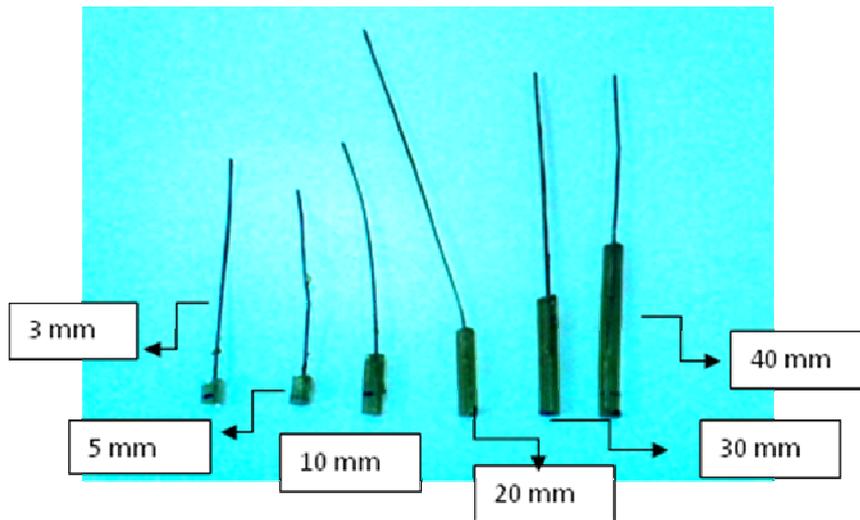


Figura 3.8: Corpos de prova de Piaçava com Resina Epóxi.
Fonte: Própria

3.5. Preparação de Compósitos

3.5.1. Mistura e Homogeneização

Os compósitos foram preparados vertendo-se a resina poliéster sobre as fibras dispostas no molde. Foram fabricados compósitos com fração de fibras variando de 5 a 30%, em fração volumétrica, e as fibras foram dispostas nos sentidos longitudinal e/ou transversal ao molde.

3.5.2. Prensagem de corpos de prova

As placas retangulares destes compósitos medindo 152 x 122 x 10 mm foram fabricadas em um molde fechado de aço. Neste molde, as fibras de piaçava foram colocadas, na quantidade desejada, paralelamente e em toda a extensão da largura de 122 mm do mesmo. A quantidade complementar é a da resina poliéster ou epóxi misturada com o catalisador, mas ainda no estado líquido, sendo misturada com as fibras.

Foi aplicada durante a cura, uma carga de uma tonelada sobre a tampa do molde para facilitar a impregnação da resina por entre as fibras.

Cada placa, após a cura, foi cortada, ao longo da direção das fibras em 6 corpos-de-prova com dimensões de 122 x 25 x 10 mm.

Os corpos de prova de compósitos com 114 x 25 x 6 mm, foram obtidos com a utilização de uma matriz retangular de aço que fornece placas com 150 x 114 x 6 mm, conforme mostra a figura 3.9, cortadas posteriormente a compactação nas

dimensões propostas.

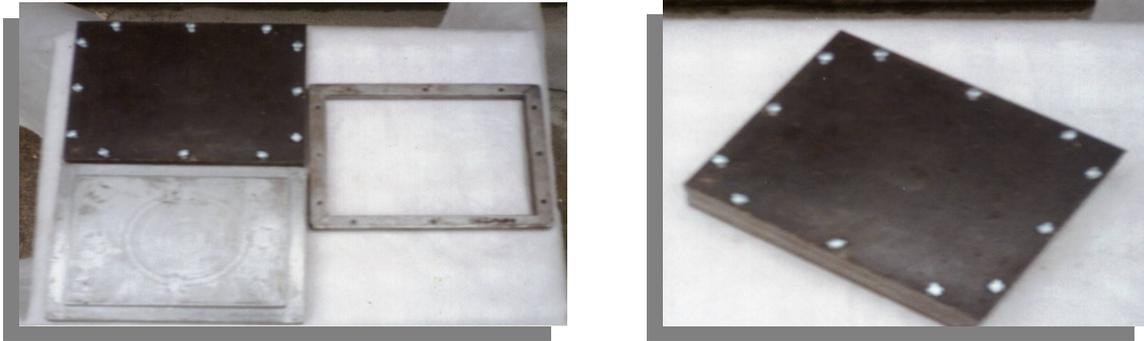


Figura 3.9: Matriz a ser empregada para compactação dos corpos de prova de Flexão.
Fonte: Própria

3.5.3. Caracterização dos corpos de prova

Os corpos de prova foram ensaiados em lotes com 10 amostras para cada formulação. Após serem compactados, foram caracterizados pela realização dos ensaios de resistência à flexão estática.

Os materiais fabricados foram, então, testados em flexão em três pontos para determinação da tensão de ruptura, T_r , empregando-se máquina Instron modelo 5582 de ensaios de 100kN de capacidade. A carga foi aplicada pelo cutelo superior, numa velocidade de 1mm/min até a ruptura do corpo de prova.

3.5.3.1. Ensaio de Flexão Estática

Os corpos-de-prova foram ensaiados por flexão, usando a técnica de 3 pontos em máquina Instron modelo 5582, conforme demonstrado abaixo na fig. 3.10 com capacidade de 100 kN a uma taxa de deformação de $1,6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.



Figura 3.10: Máquina Instron modelo 5582.
Fonte: Própria

Foi realizado, ainda, um ensaio de carga máxima Q_m calculando a tensão máxima associada à resistência do compósito por meio da equação:

$$\sigma_m = \frac{3LQ_m}{2bd^2} \quad [1]$$

Sendo:

- L a distância entre suportes
- b a largura igual a 25 mm
- d a espessura.

3.6. Ensaio de Impacto Charpy e Izod

Para a confecção do entalhe com 2,54 mm de profundidade, ângulo de 45° e raio de curvatura de 0,25 mm no fundo do entalhe, utilizou-se uma fresa alemã em aço rápido atendendo à norma DIN 847. Os corpos de prova foram ensaiados em um pêndulo da marca EMIC, em configuração Charpy, pertencente ao Instituto de Xistoquímica da UFRJ. A figura 3.13 apresenta uma imagem do pêndulo Charpy

utilizado nas medidas de resistência ao impacto dos compósitos estudados.



Figura 3.11: Pêndulo de impacto EMIC.
Fonte: Própria

3.7. Caracterização Física do Compósito

A densidade dos corpos de prova foi determinada pela relação:

$$\rho = \frac{P}{V}$$

Onde:

ρ = massa específica (g/cm³);

P = massa do corpo de prova (g);

V = volume do corpo de prova (cm³).

Foram confeccionados corpos de prova nas proporções de fibras de 5, 10, 20 e 30% em volume de fibras de piaçava.

3.8. Análise Térmica: DMA do compósito.

A) DMA – Análise Dinâmico-Mecânica

A análise dinâmico-mecânica (DMA) ou análise termodinâmico-mecânica (DMTA) tem como um dos principais objetivos, relacionar as propriedades macroscópicas, tais como as propriedades mecânicas, as relaxações moleculares associadas a mudanças conformacionais e as deformações microscópicas geradas a partir de rearranjos moleculares (Cassu e Felisberto, 2005).

As propriedades mecânicas dos materiais são avaliadas a partir de uma solicitação, na forma de uma deformação ou na aplicação de uma tensão, com o monitoramento da resposta do material, expressa como tensão ou como deformação, respectivamente. Ensaio mecânicos são classificados como estáticos, uma vez que se aplica ao material uma tensão ou deformação constante, ou a taxas constantes. Estes experimentos são destrutivos, já que uma de suas finalidades é a determinação de propriedade-limite do material (Cassu e Felisberto, 2005; Santa Fé, Costa e Monteiro, 2008; Monteiro et al, 2007).

A análise dinâmico-mecânica consiste, de modo geral, em se aplicar uma tensão ou deformação mecânica oscilatória, normalmente senoidal, de baixa amplitude a um sólido ou líquido viscoso, medindo-se a deformação sofrida por este ou a tensão resultante, respectivamente, sob variação de frequência ou de temperatura (Cassu e Felisberto, 2005; Monteiro et al, 2007).

Para a realização da análise dinâmico-mecânica (DMA) utilizou-se um equipamento da TA Instruments, modelo Q800, empregando o dispositivo de ensaio de flexão em três pontos.

A Figura 3.12 ilustra o equipamento de DMA do Laboratório de Materiais Avançados (LMAV/UENF) utilizado neste trabalho.



Figura 3.12: Equipamento de DMA da TA Instruments, modelo multi freqüência 2980
Fonte: Própria

Os parâmetros de ensaio usados foram os seguintes:

- Amplitude = 20 μm ,
- Frequência = 1 Hz,
- Faixa de aquecimento = 25 a 195 $^{\circ}\text{C}$,
- Força estática = 550 mN,
- Força dinâmica = 500 mN
- Taxa de aquecimento = 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, sob fluxo de nitrogênio.

B) Análise Térmica: TGA - Analise Termogravimétrica

A estabilidade térmica das fibras foi avaliada através de análise termogravimétrica (TGA). A utilização desta técnica teve como objetivo fornecer informações quantitativas sobre a decomposição térmica da fibra de curauá.

A DTA (Análise Térmica Diferencial) analisa a estabilidade térmica das fibras, tendo como objetivo a medição da variação de massa de uma amostra em função da temperatura, pois ao sofrer degradação o material perde massa sob a forma de produtos voláteis (Lucas et al, 2001).

- Para a execução das análises, a piaçava foi moído até a obtenção de partícula em torno de 1mm. Foi utilizado o equipamento modelo TA

Instruments Systems DSC 2910, mostrado na figura 3.13.

- A temperatura máxima dos ensaios foi de 650 °C.

Foram feitas três repetições. Os seguintes parâmetros foram utilizados na análise de piaçava:

- Taxa de aquecimento de 10 °/min, partindo da temperatura ambiente até aproximadamente a 650°C.
- Atmosferas: Nitrogênio e Oxigênio.



Figura 3.13: Equipamento de Ensaio TGA, TA Instruments modelo SDT 2926
Fonte: Própria

C) DSC – Calorimetria Exploratória Diferencial

A técnica de DSC (Calorimetria Exploratória Diferencial) é uma grande ferramenta para a obtenção da Transição vítrea. Na curva de DSC, a Transição vítrea é caracterizada pela mudança de calor específico (Lucas et al, 2001).

A transição vítrea é um importante efeito térmico que pode ser utilizado para a caracterização de plásticos e outros materiais amorfos ou semicristalinos (ex.: vidros inorgânicos ou alimentos, onde os componentes nos materiais alimentícios apresentam efeitos similares aos dos polímeros) (Lucas et al, 2001).

A transição vítrea é a propriedade do material onde podemos obter a temperatura da passagem do estado vítreo para um estado “maleável”, sem ocorrência de uma mudança estrutural (Lucas et al, 2001).

A parte amorfa do material (parte onde as cadeias moleculares estão desordenadas) é a responsável pela caracterização da Temperatura de Transição Vítrea (Lucas et al, 2001). Abaixo da transição vítrea, o material não tem energia interna suficiente para permitir deslocamento de uma cadeia com relação a outra por mudanças conformacionais. Portanto, quanto mais cristalino for o material, menor será a representatividade da Transição Vítrea (Lucas et al, 2001).

A Figura 3.14 ilustra o equipamento de DMA do Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV/UENF) utilizado neste trabalho.



Figura 3.14: Máquina de Ensaio DSC, da TA Instruments Systems modelo 2910

Os parâmetros de ensaio usados para a realização do ensaio foram os seguintes:

- A temperatura máxima dos ensaios variou entre -10°C e 190°C
- Taxa de aquecimento de $10^{\circ}/\text{min}$, partindo da temperatura ambiente até aproximadamente a 190°C .
- Atmosferas: Nitrogênio e Oxigênio.

3.9. Caracterização Morfológica

Por meio da microscopia eletrônica de varredura, foi realizada uma análise morfológica da região da fratura após os ensaios de Flexão, Impacto, Pullout. Esta

análise tem como objetivo a interpretação das propriedades do compósito. As análises foram realizadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando imagens geradas por elétrons secundários a 20 kV em um microscópio Jeol, modelo JSM-460 LV do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, PEMM/COPPE/UFRJ, também foi utilizado o microscópio o. Microscópio Eletrônico de Varredura Modelo Shimadzu SSX 550 do LAMAV/UENF, mostrado na figura 3.6.

CAPITULO IV - RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos a partir da caracterização da fibra de piaçava, bem como do processamento e caracterização dos compósitos poliméricos produzidos.

Uma vez que no capítulo precedente, apresentou as linhas mestras da metodologia aplicada para o desenvolvimento do trabalho em estudo, nesse capítulo, seu foco recai sobre os ensaios realizados utilizando a metodologia anteriormente descrita.

Para tal, a partir de então, propõem-se a divisão deste capítulo em quatro seções, que objetivam analisar desde a caracterização da fibra de piaçava, os ensaios mecânicos realizados na fibra e nos compósitos com ela formados e por fim os ensaios térmicos realizados na fibra e nos compósitos epoxídicos com fibras de piaçava.

Isto posto, encerra-se o capítulo com uma sucinta conclusão.

4.1. CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DE PIAÇAVA

Uma análise estatística efetuada com 100 fibras individuais revelou uma distribuição de comprimentos e diâmetros apresentados na Fig. 4.1. Estas distribuições correspondem a um comprimento médio de 450,25 mm e a um diâmetro médio de 0,92 mm..

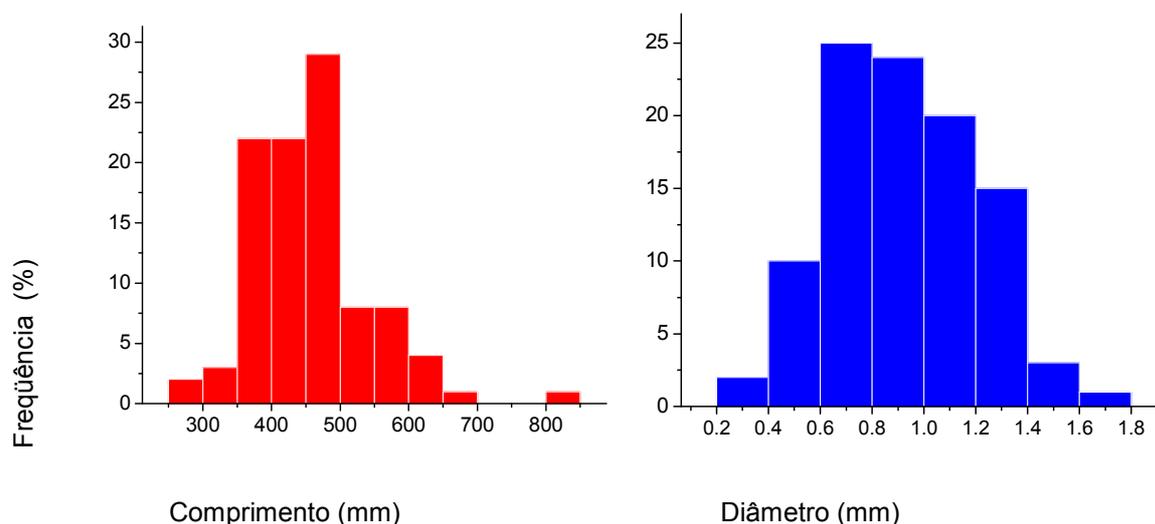


Figura 4.1: Distribuição estatística do comprimento (a) e do diâmetro (b) das fibras.

4.1.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA

4.1.1.1 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE

A densidade média da fibra é de $0,0129147 \text{ g/cm}^3$, calculada por meio da variação do peso médio e do volume médio da fibra.

4.1.1.2. ANÁLISE QUÍMICA

A composição química das fibras lignocelulósicas varia amplamente, conforme o cultivo e a época (Santos e Gironi, 2008).

A análise química da fibra de piaçava foi obtida através dos seguintes ensaios: Difração de Raios-X e EDS e pelo método desenvolvido por Meterns (2002).

4.1.1.2.1. Difração de Raios – X

O espectro de raios-X da piaçava está apresentado na figura 4.2. O resultado reflete o arranjo cristalino da celulose, com tendências a uma fase amorfa

no início. Conforme pode ser observado na fig. 4.2 o pico em 2θ de 22° evidência a presença de celulose e dos elementos carbono, hidrogênio e oxigênio.

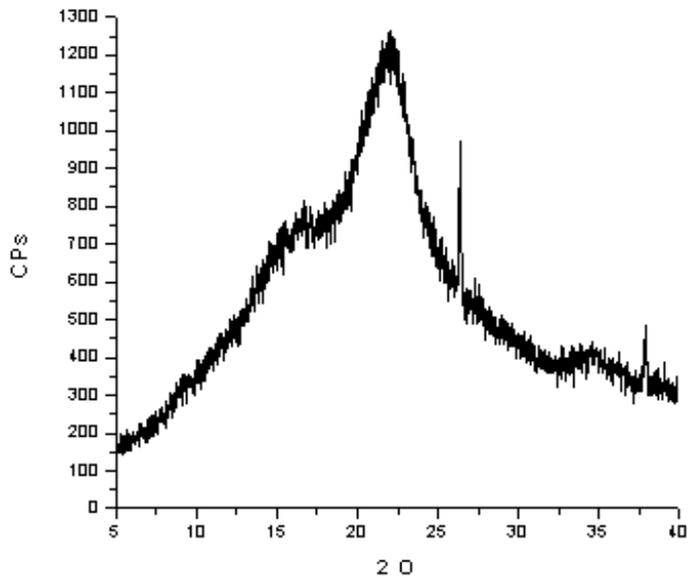


Figura 4.2: Espectro de raios-X da Piaçava.

Na figura 4.2 é mostrada a difração da piaçava que ratificam os resultados de Agrela et al (2009) e Aquino (2003) e . A análise de raios-X mostrou que a celulose é o principal constituinte cristalino da fibra de piaçava, similar a outras fibras lignocelulósicas.

4.1.1.2.2. EDS

A figura 4.3 (a) e (b) apresenta os resultados obtidos para a análise da fibra de piaçava. Através das figuras é possível verificar a participação do Silício e do Oxigênio na composição química da piaçava, Fig. 4.3 (a), além disso, é mostrado o Carbono como elemento constituinte dessa composição, Fig. 4.3 (b). Os resultados obtidos correspondem aos resultados encontrados por Aquino (2003) e Aquino, D'Almeida e Monteiro (2002), que verificaram a presença de Silício na composição da fibra de piaçava.

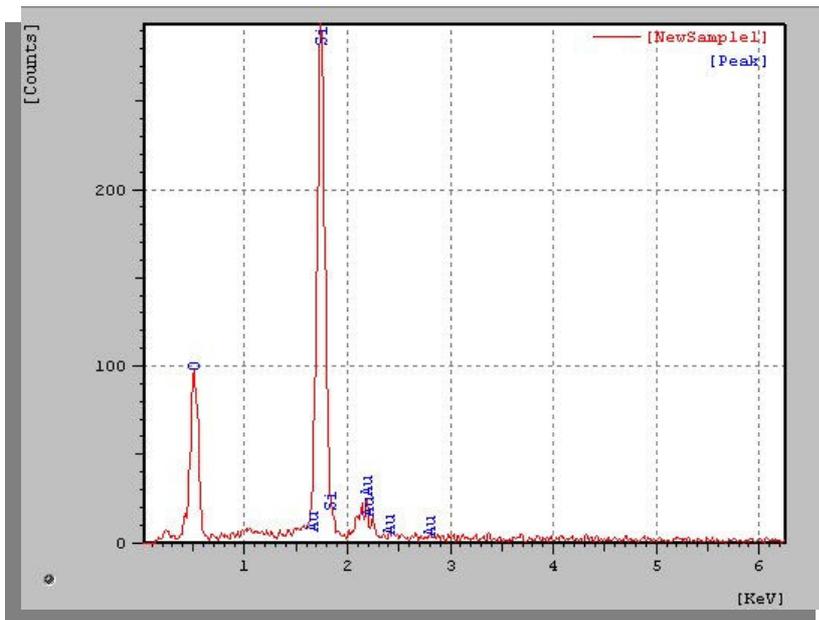


Figura 4.3 (a): Resultado do EDS com a Presença de Oxigênio e Silício.

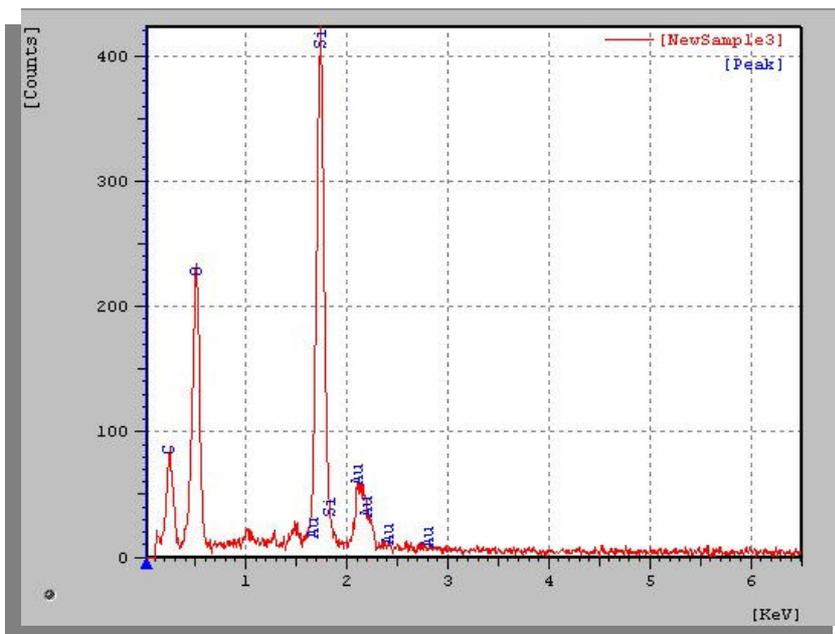
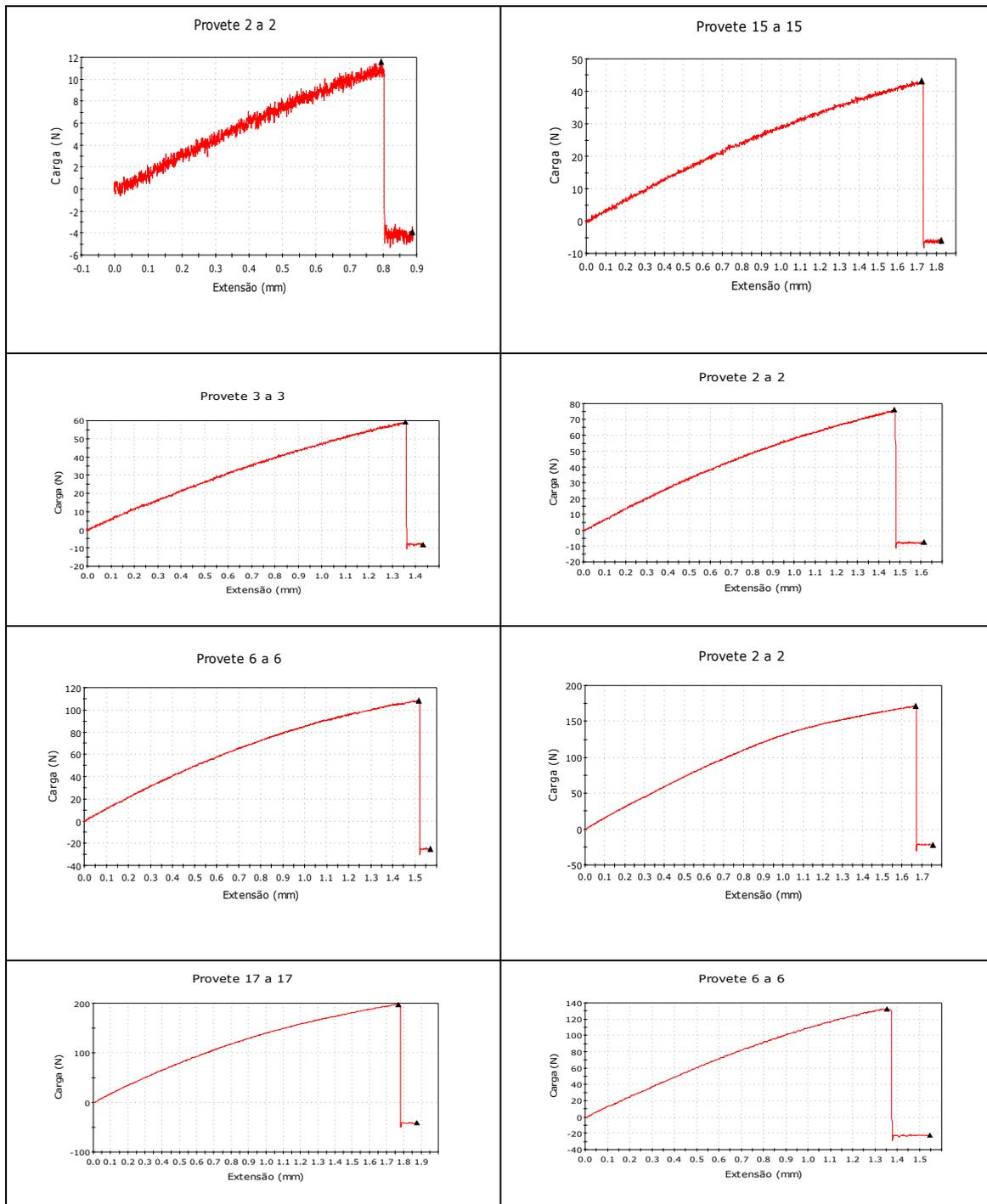


Figura 4.3 (b): Resultado do EDS com a Presença de Carbono, Oxigênio e Silício.

4.2. Ensaio Mecânico na Fibra de Piaçava

4.2.1. ENSAIO DE TRAÇÃO NA FIBRA

Foi utilizada a máquina Instron para a realização dos ensaios de tração na fibra de piaçava visando determinar as propriedades mecânicas da mesma. Os resultados estão demonstrados na fig. 4.4, a seguir (Nascimento, Motta e Monteiro, 2009).



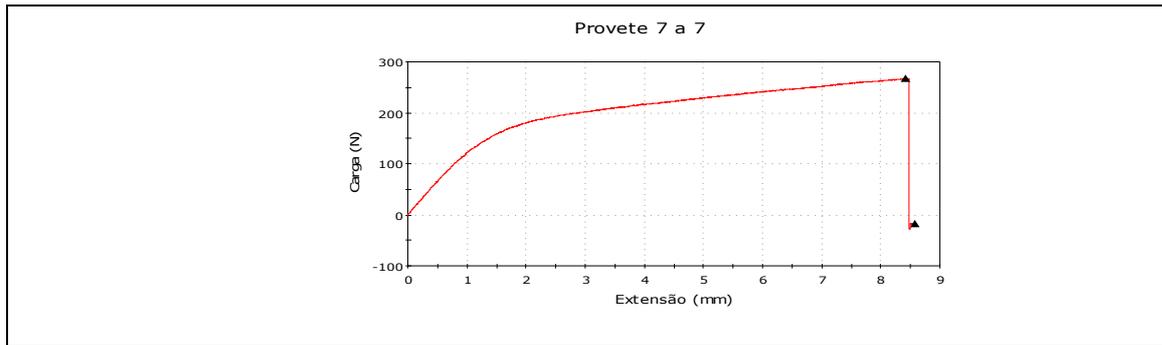


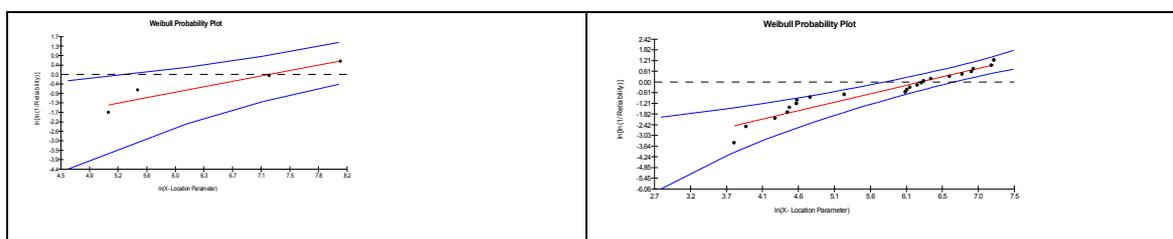
Figura 4.4: Curvas de tração típicas para fibras de piaçava com diferentes diâmetros correspondentes a cada intervalo estatisticamente considerado.

O comportamento observado nas curvas obtidas na figura 4.4 revela oscilações nos valores da carga de resistência da fibra à sollicitação mecânica da máquina Instron para a maioria das curvas obtidas. Considera-se que estas oscilações como serrilhações na curva, que correspondem ao processo gradativo de separação dos filamentos que compõem uma fibra de piaçava (Nascimento, Motta e Monteiro, 2009).

Verifica-se também através da figura 4.4 que o movimento das curvas onde as cargas foram as mais altas, aproximando-se da ruptura da fibra, os filamentos vão, aos poucos, se rompendo e, com isto, as serrilhações são amplificadas. Isto está exemplificado na curva do intervalo dos diâmetros maiores, entre 2,00 e 2,45 mm, na Fig. 4.4. Acredita-se que este comportamento para fibras de maior diâmetro se deve a fato de as mesmas possuírem maior número de filamentos a serem rompidos.

4.2.1.1. TRATAMENTO ESTATÍSTICO DE WEIBULL NOS ENSAIOS DE TRAÇÃO DA FIBRA DE PIAÇAVA.

A fim de abordar estatisticamente o ensaio de Weibull, a Figura 4,5 apresenta os gráficos da probabilidade de Weibull obtidos (Nascimento, Motta e Monteiro, 2009).



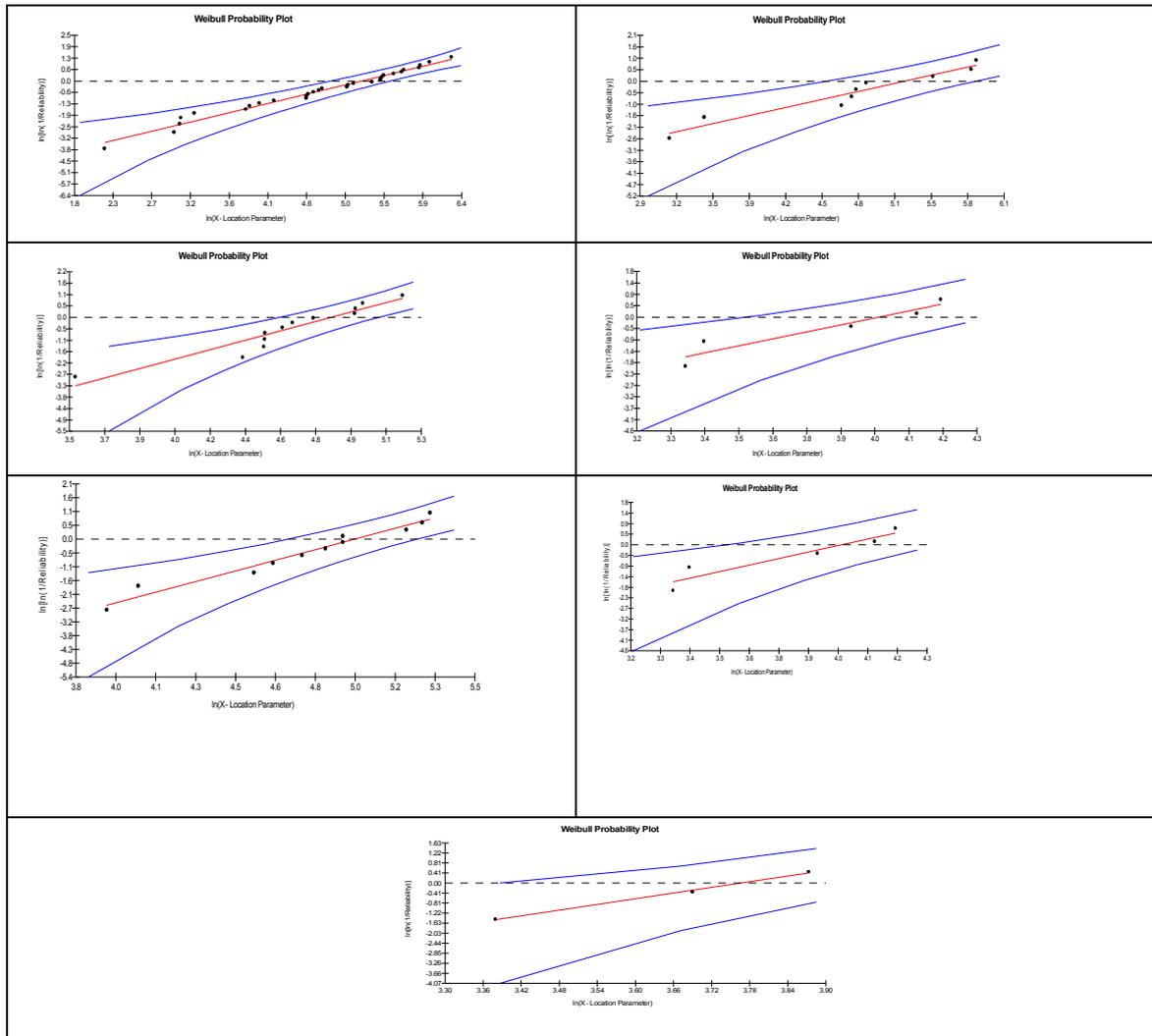


Figura 4.5: Gráficos da probabilidade de Weibull para os intervalos considerados de diâmetros das fibras de piaçava.

A fig. 4.5 acima apresenta gráficos relacionados aos resultados da tensão máxima em tração para cada intervalo de diâmetros considerado para as fibras de piaçava. A observação dos gráficos permite observar uma reta central que se ajusta às tensões máximas referentes às 20 ou mais fibras consideradas para aquele intervalo de diâmetro.

Para uma melhor análise dos resultados estatísticos obtidos pelo programa *Weibull Analysis* são traçadas duas curvas limitando o intervalo considerado para efeito de determinação dos parâmetros de probabilidade (Nascimento, Motta e Monteiro, 2009).

Com base nos intervalos de diâmetros observados nos gráficos de Weibull apresentados na Fig. 4.5, o programa calculou os valores dos parâmetros de probabilidade estatística de Weibull, utilizando o Método da Máxima Verossimilhança (Kapur e Lamberson, 1977), conforme listado na Tabela 4.1. Neste método, considerou-se o parâmetro de posição, δ , como sendo nulo. Vale

dizer que caso fosse atribuído um valor diferente de zero para δ , seriam obtidas probabilidades negativas.

Tabela 4.1: Parâmetros de Weibull para os intervalos considerados de diâmetros das fibras de piaçava

| Intervalos (mm) | B | θ | R^2 | Tensão média (MPa) | Desvio (MPa) |
|-----------------|--------|----------|--------|--------------------|--------------|
| 0.2-0.45 | 0,6748 | 1323 | 0,8981 | 1737 | 2650 |
| 0.45-0.70 | 0,9978 | 514,3 | 0,9159 | 514,8 | 515,9 |
| 0.70-0.95 | 1,124 | 183,7 | 0,9795 | 176 | 156,9 |
| 0.95-1.20 | 1,136 | 185,1 | 0,9368 | 176,8 | 156 |
| 1.20-1.45 | 2,506 | 126,1 | 0,9021 | 111,9 | 47,78 |
| 1.45-1.70 | 2,593 | 91,87 | 0,9454 | 81,59 | 33,79 |
| 1.7-1.95 | 2,553 | 53,69 | 0,8947 | 47,66 | 20,02 |
| 1.95-2.20 | 9,073 | 65,3 | - | 61,86 | 8,157 |
| 2.2-2.45 | 3,861 | 43,22 | 0,9957 | 39,1 | 11,32 |

De acordo com os trabalhos desenvolvidos por Carvalho (2007) sobre o a análise estatística por Weibull, os parâmetros da Tabela 4.1 possuem as seguintes características (Carvalho, 2007):

β – é o parâmetro de forma, mais conhecido como Módulo de Weibull. De um modo geral, β possui valores entre 0,5 e 15. Quanto mais próximo β estiver de 15, mais o valor médio se aproximará do parâmetro de escala e a variância tenderá a zero.

θ - é o parâmetro de escala que indica o valor característico do que se está medindo com uma confiança de 63,8%. No presente trabalho, θ representa a tensão máxima em tração característica das fibras de piaçava.

R^2 – é o parâmetro de ajuste, pois indica o quanto os pontos do gráfico de Weibull estarão bem ajustados à sua reta central. O valor de R^2 pode variar de 0 a 1. Quanto mais próximo o parâmetro estiver de 1, melhor ajustados estarão os pontos experimentais à reta central.

Baseado nos valores apresentados na Tabela 4.1, destaca-se que β para todos os intervalos é relativamente baixo, não ultrapassando o valor de 3. Num primeiro raciocínio, isto significa que as distribuições de pontos associadas aos gráficos de Weibull da Fig. 4.5 têm baixa representatividade estatística.

A tabela 4.1 também serviu de parâmetro para a construção de gráficos de suas variações com os respectivos diâmetros médios de cada intervalo como está mostrado na Fig. 4.5. O maior destaque desta figura é a disposição em seqüência contínua dos pontos. Acredita-se que este comportamento das tensões máximas características implicaria em uma provável correlação com o diâmetro das fibras.

Contudo, o comportamento dos pontos das tensões demonstra comportamento diferenciado, se distribuem como se fosse uma onda senoidal, o que desperta um questionamento sobre as curvas obtidas na Fig. 4.5.

Esta variação com o diâmetro não tem aparentemente um sentido físico. Tomczak, Satyanarayana e Sydenstricker (2007) também investigaram a influência do diâmetro sobre a tensão máxima sobre propriedades das fibras de piaçava. Embora os autores tenham limitado a investigação a somente 5 intervalos de diâmetro, sem indicar a precisão nos valores (barra de erro), os resultados mostram uma tendência da tensão máxima variar inversamente com o diâmetro, o que vem a sanar os questionamentos levantados sobre os resultados anteriormente obtidos (fig. 4.5) (Nascimento, Motta e Monteiro, 2009).

Uma tendência inversa é apresentada na figura 4.6, a seguir. Entretanto, como foi mencionado, β na Tabela 4.1 tem valores relativamente baixos, o que compromete a representatividade estatística dos resultados. Para tentar esclarecer esta dúvida de como varia a tensão com o diâmetro, foi elaborada a curva de variação do valor médio das tensões máximas com os respectivos desvios padrão, dados na Tabela 4,1 em função dos correspondentes diâmetros médios de cada intervalo (Nascimento, Motta e Monteiro, 2009).

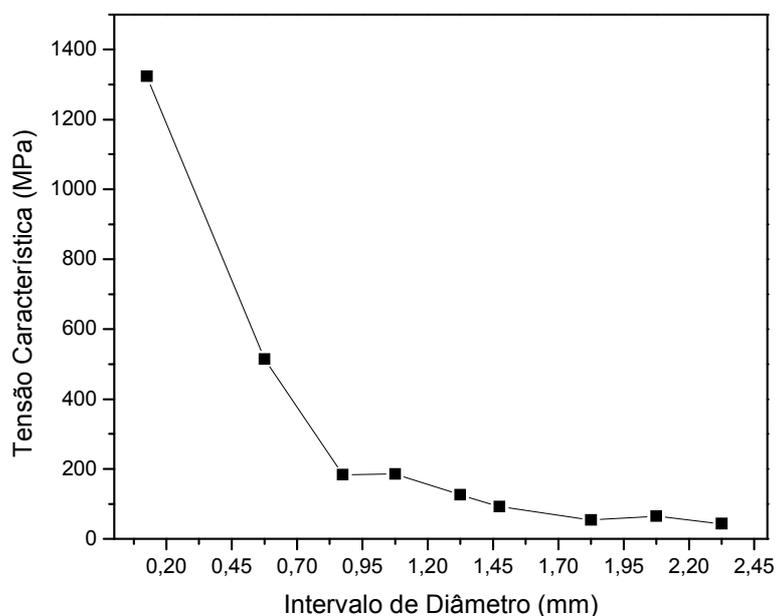


Figura 4.6: Tensão máxima característica, θ , em função do diâmetro médio de cada um dos nove intervalos considerados.

A curva apresentada na Figura 4.7 revela grandes barras de erro associadas aos desvios-padrão. Esta figura contribui para o esclarecimento da

dúvida quanto à correlação entre tensão máxima e diâmetro. Numa análise inicial, sobre esta avaliação estatística pode-se concluir que para as fibras de piaçava a tensão máxima em tração varia inversamente com o diâmetro da fibra, como no artigo de Tomczak, Satyanarayana e Sydenstricker (2007).

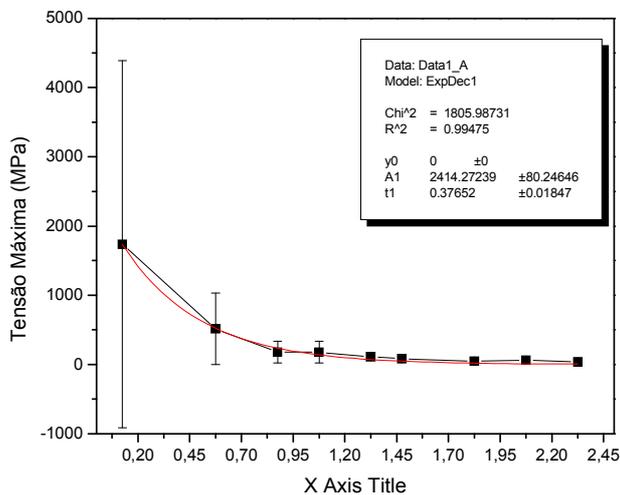


Figura 4.7: Valor médio da tensão máxima em tração em função do diâmetro médio de cada um dos nove intervalos considerados.

A equação da exponencial decrescente para tensão vs. diâmetro é demonstrada a seguir:

$$\sigma = y_0 + A_1 e^{(-x/t_1)} \quad (4.1)$$

Apesar de persistirem questionamentos sobre os resultados observados na Fig. 4.7, no presente trabalho sugere-se que a tensão máxima esteja variando exponencialmente de forma decrescente com o diâmetro das fibras de piaçava. Tal variação corresponde à curva vermelha contínua, que também pode ser traçada por entre todas as barras de erro da Fig. 4.7 (Nascimento, Motta e Monteiro, 2009).

4.2.1.2. FRATURA EM TRAÇÃO DA FIBRA DE PIAÇAVA

Na Figura 4.8 é mostrados os MEVs das fibras antes do ensaio de tração. Em relação à Figura 4.8 são mostrados aspectos filamentosos da fibra de piaçava. Na figura 4.8 (a), o principal aspecto a ser analisado são as protuberâncias e corpúsculos espinhosos, contendo sílica. Na ig. 4.8 (b) apresenta o aspecto geral da fibra, revelando sua superfície rica de detalhes. Outra parte, entretanto, possui

reentrâncias onduladas. A Fig. 4.8 (c), correspondendo ao canal, lúmen, por onde passa a seiva.

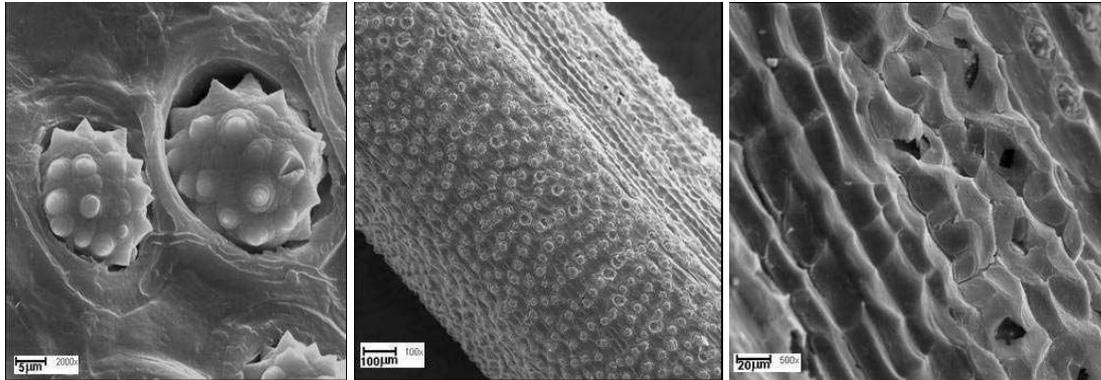


Figura 4.8 – Micromorfologia associada aos aspectos característicos da superfície da fibra de piçava: (a) protuberâncias; (b) aspecto geral; (c) reentrâncias onduladas.

Na figura 4.9 são apresentadas as fractografias referentes à análise da fibra após os ensaios de tração. Estas observações por MEV das pontas rompidas em tração das fibras de piçava mostram a fratura de fibras de piçava com maiores diâmetros.

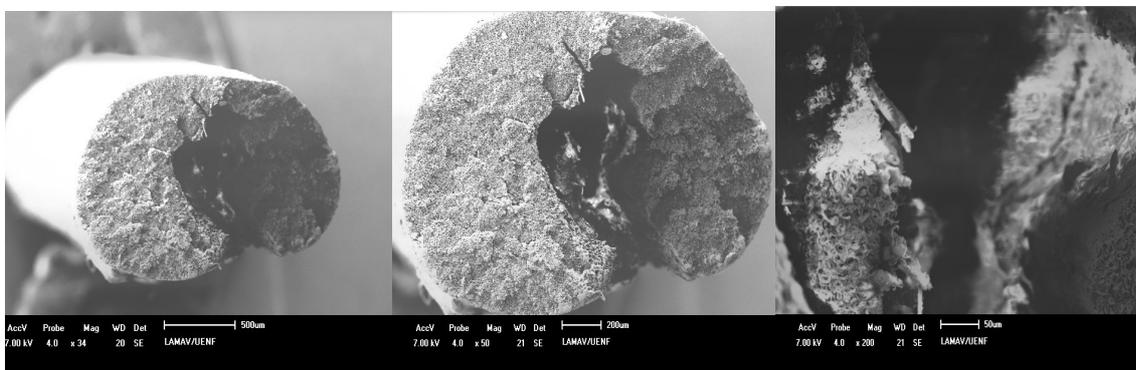


Figura 4.9: Fractografia por MEV da piçava: (a) X 35, (b) X 50 e (c) X 200. Fractografia por MEV das pontas rompidas de fibras de piçava: (a) mais grossa, $d = 2,00\text{mm} - 2,45\text{mm}$.

A fibra com maior diâmetro, Fig. 4.9 tem fratura menos uniforme associada a partes distintas e envolvendo maior número de filamentos. Sob o ponto de vista estatístico, se a fibra deve romper todos os filamentos para sua total fratura, aquela que possuir maior número, por ser mais grossa, terá maior chance de iniciar a ruptura de um dos seus filamentos à tensão menor do que a fibra mais fina com poucos filamentos na sua área da seção reta. Ou seja, com menor número de filamentos há mais chances de a fibra mais fina resistir até tensões comparativamente mais altas.

Já nas fractografias para o menor diâmetro, Fig. 4.10 (a), nota-se uma

fratura mais uniforme envolvendo os poucos filamentos que compõem a fibra.

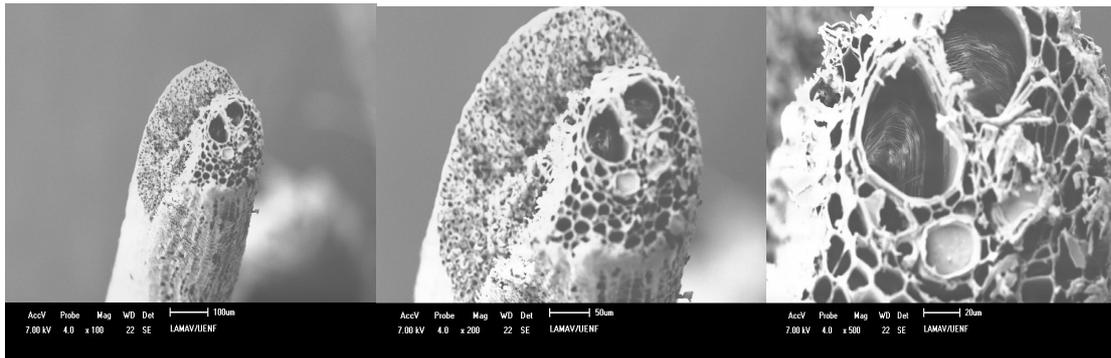


Figura 4.10: Fractografia por MEV da piaçava: (a) X 100, (b) X 200 e (c) X 500. Fractografia por MEV das pontas rompidas de fibras de piaçava: (a) mais fina, $d = 0,25\text{mm} - 0,40\text{mm}$.

4.2.2. ENSAIO PULLOUT

Foram realizados ensaios de pullout, onde o comprimento da fibra de piaçava variou entre 5 a 40 mm, envolvida nas resinas poliéster e epóxi (Nascimento et al, 2008).

4.2.2.1. ENSAIO DE PULLOUT DE COMPÓSITOS DE PIAÇAVA COM RESINA EPÓXI

Os ensaios de pullout foram realizados de acordo com o esquema mostrado na Fig. 4.11. As fibras foram parcialmente embutidas em um encaixe cilíndrico de poliéster até o comprimento L que variou de 10 a 40 mm. O encaixe, com diâmetro de 6 mm, foi moldado em um tubo de alumínio, sendo a fibra inserida enquanto a resina poliéster estava líquida. A resina epóxi utilizada foi do tipo do tipo éter diglicidílico do bisfenol-A (DGEBA) misturada ao endurecedor trietileno tetramina (TETA) estequiométrica, comercialmente disponível (Nascimento et al, 2008).

No momento da moldagem, acrescentou-se à resina o endurecedor, na razão de 13 partes para 100 partes de resina, phr 13. A cura foi realizada à temperatura ambiente, por volta de 25°C . O encaixe e a parte livre das fibras, Fig. 4.11, foram presos em garras sob pressão e ensaiados em máquina Instron com capacidade de 100kN. Pelo menos 10 corpos de prova como no esquema da Fig. 4.11 foram ensaiados para cada fibra com um valor de L , visando garantir uma análise estatística.

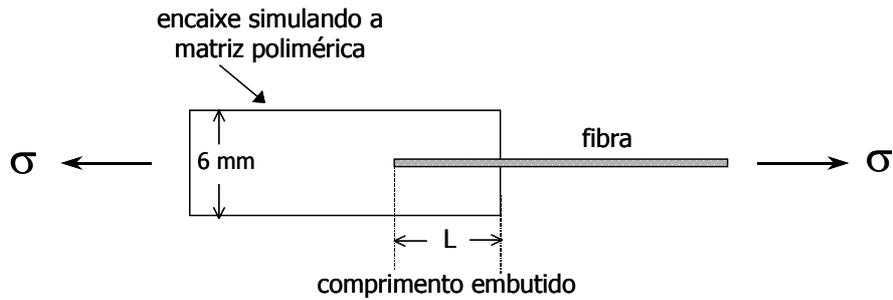


Figura 4.11 – Esquema do corpo de prova do ensaio de pullout.

A figura 4.12 ilustra o aspecto característico das curvas de força em tração vs. alongamento de corpos de prova correspondentes a alguns dos comprimentos embutidos selecionados no presente trabalho. Em relação a esta figura, é importante mencionar que a curva associada ao comprimento embutido de 5 mm, Fig. 4.12 (a) apresenta 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 (Nascimento et al, 2008).

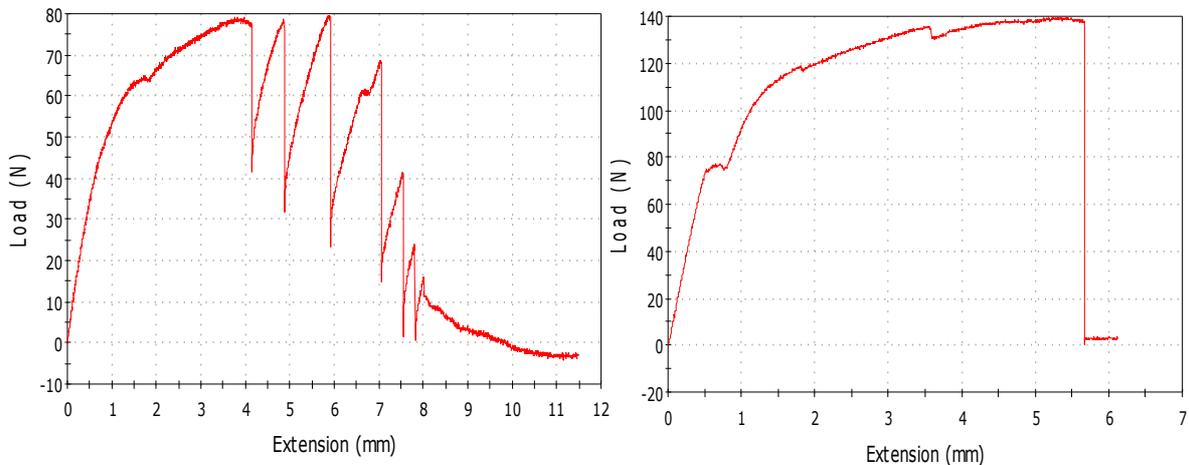


Figura 4.12 - Curvas de força em tração vs. alongamento para corpos de prova selecionados com diferentes comprimentos embutidos (a) 5 mm e (b) 40 mm.

No caso das curvas associadas ao comprimento embutido de 40 mm, Fig. 4.12 (b) o corpo de prova rompeu-se na fibra. Neste caso, não houve escorregamento, isto é a fibra não foi arrancada da cápsula de epóxi como no corpo de prova da curva da Fig. 4.12 (a). 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 piaçava até a fratura final desta fibra.

Com base nos resultados de curvas como as da Fig. 4.12, 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, Fig. 4.11. 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 Tabela 4.2 apresenta a média e o desvio padrão das tensões de pullout em relação ao comprimento L embutido na resina epóxi. A Figura 4.13 baseado na Tabela 4.2 mostra a curva geral de pullout para fibras de piaçava embutidas em resina epóxi, seguindo o esquema de ensaio da Fig. 4.11. 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 Fig. 4.13 mostra também duas linhas horizontais tracejadas. Estas horizontais são indicativas do intervalo de 109 a 147 MPa reportado para a resistência à tração de fibras de piaçava (Satyanarayana; Guimarães; Wypych, 2007).

Tabela 4.2 – Tensões de pullout das fibras de piaçava relativas ao comprimento.

| Comprimento(mm) | Tensão (MPa) | Desvio Padrão |
|-----------------|--------------|---------------|
| 5 | 88.22 | 28.51 |
| 10 | 70.12 | 29.36 |
| 20 | 90.66 | 26.45 |
| 30 | 85.78 | 27.84 |
| 40 | 105.88 | 36.32 |

É importante observar na Fig. 4.13 que a média e a barra de erro da tensão associada ao comprimento embutido de 40 mm estão no intervalo das horizontais, 109 e 147 MPa, de resistência à tração de fibras de piaçava (Satyanarayana; Guimarães; Wypych, 2007). Isto é esperado já que, para este comprimento embutido, o término do ensaio de pullout ocorre preferencialmente por ruptura da fibra. Ou seja, para este maior comprimento embutido, a força necessária ao arrancamento da fibra supera aquela para a sua ruptura.

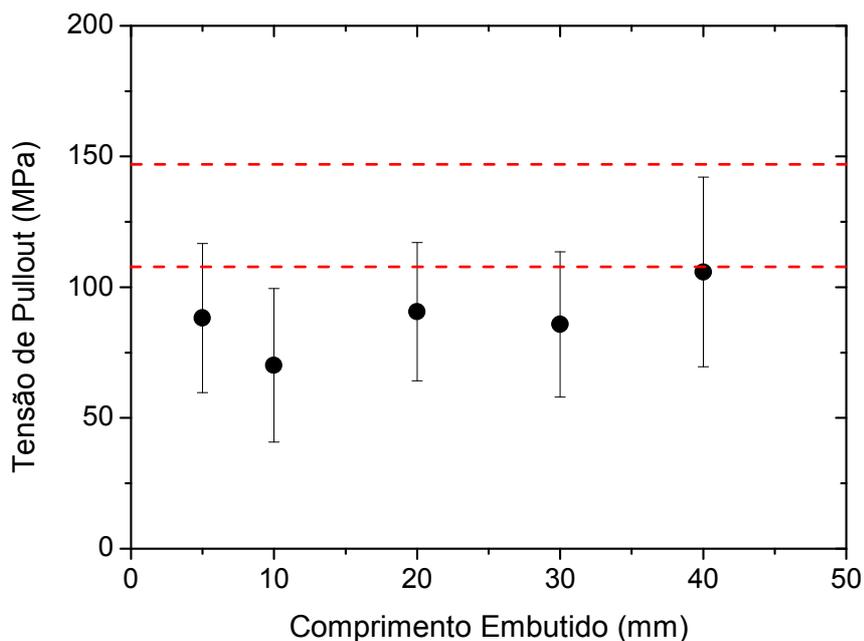


Figura 4.13 - Curva de pullout para fibras de piaçava embutidas em resina epóxi.

Abaixo do comprimento de 40 mm as tensões tendem a diminuir mas não permitem caracterizar dois trechos distintos que seriam necessários para permitir o cálculo de l_c (Monteiro; D’Almeida, 2006). Ou seja, os resultados apresentados na Fig. 4.13 não permitem avaliar o comprimento crítico da fibra de piaçava embutida em resina epóxi. Seria necessário realizar ensaios com comprimentos embutidos, L , menores que 5 mm, o que implica em dificuldades técnicas ainda não superadas.

Assim, com base nos resultados da Fig. 4.13, o que se pode afirmar é que o comprimento crítico da fibra de piaçava embutida em resina epóxi DGEBA/TETA estequiométrica é inferior a 5 mm. Além disto, tendo em vista a equação (A), e utilizando-se $d = 0,92$ mm, $l_c = 5$ mm e $\sigma_f = 109$ MPa, pode-se especular que a tensão cisalhante interfacial deve ser da ordem de $\tau_i = 10$ MPa.

4.2.2.2. ASPECTO DAS FIBRAS APÓS ENSAIO DE PULLOUT

A Fig. 4.14 apresenta, com baixo aumento, vestígios das fibrilas que se romperam gradativamente e ocasionaram as pequenas oscilações na curva de força vs. alongamento antes da fratura (4.14 (a)). Com maior aumento têm-se detalhes da ruptura de fibrilas cujas distorções podem estar associadas a certa plasticidade total da fibra (4.14 (b)).

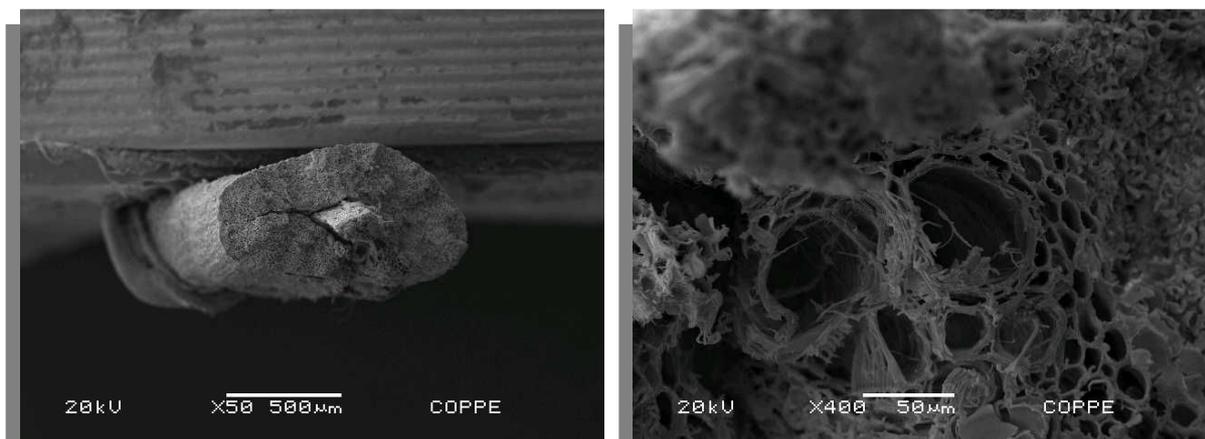


Figura 4.14 – Ponta rompida de uma fibra de piçava embutida em 30 mm de resina epóxi: (a) 50 x; (b) 400x.

A Figura 4.15 mostra micrografias por MEV da superfície de uma fibra de piçava que escorregou totalmente da cápsula de epóxi onde estava embutida em 5 mm. Nesta figura com baixo aumento, Fig. 4.16 (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, Fig. 4.16 (b), a camada de resina epóxi apresenta-se danificada, expondo a superfície da fibra.

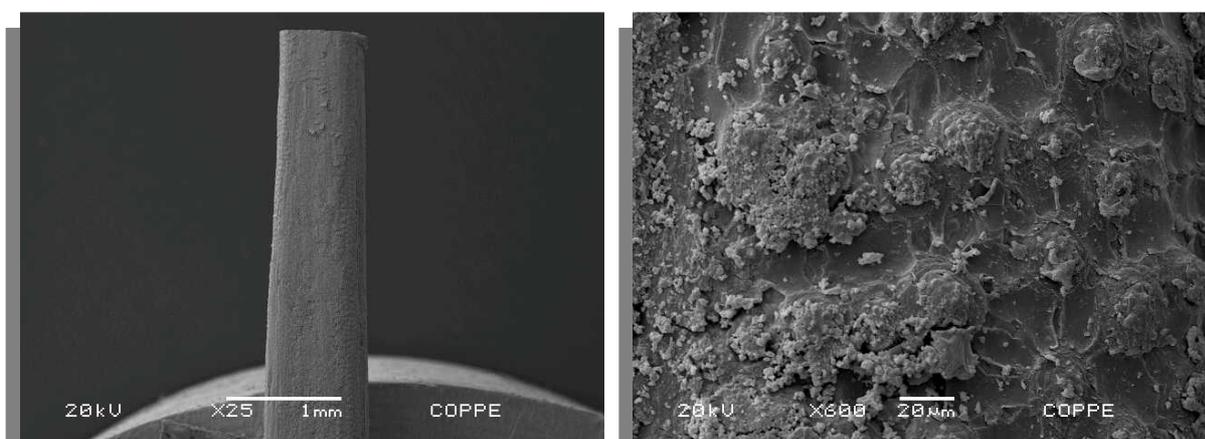


Figura 4.15 – Superfície de uma fibra de piçava que escorregou totalmente para fora da cápsula de epóxi com 5mm de comprimento: (a) 25 x; (b) 600x.

4.2.2.3. ENSAIO DE PULLOUT DE COMPÓSITOS DE PIAÇAVA COM RESINA POLIÉSTER

As fibras foram parcialmente embutidas em uma cápsula cilíndrica de poliéster até o comprimento L que variou de 3 a 40 mm. A cápsula, com diâmetro de 6 mm, foi moldada em um tubo de alumínio, sendo a fibra inserida enquanto a resina poliéster estava líquida. A resina poliéster utilizada foi do tipo ortoftálica

acrescida de 0,5% de catalisador à base de metil-etil cetona, conforme indicado pelo fabricante. No momento da moldagem, acrescentou-se à resina o catalisador, na razão de 13 partes para 100 partes de resina, ou seja, phr 13 (Nascimento et al, 2009).

A cura foi realizada à temperatura ambiente, por volta de 25°C. A cápsula e a parte livre das fibras, Fig. 4.16, foram presas em garras sob pressão e ensaiados em máquina Instron com capacidade de 100kN. Pelo menos 10 corpos de prova como no esquema da Fig. 4.16 foram ensaiados para cada fibra com certo valor de L, visando garantir uma análise estatística. A Figura 4.16 apresenta uma foto dos corpos de prova, com diferentes comprimentos antes da realização do ensaio.

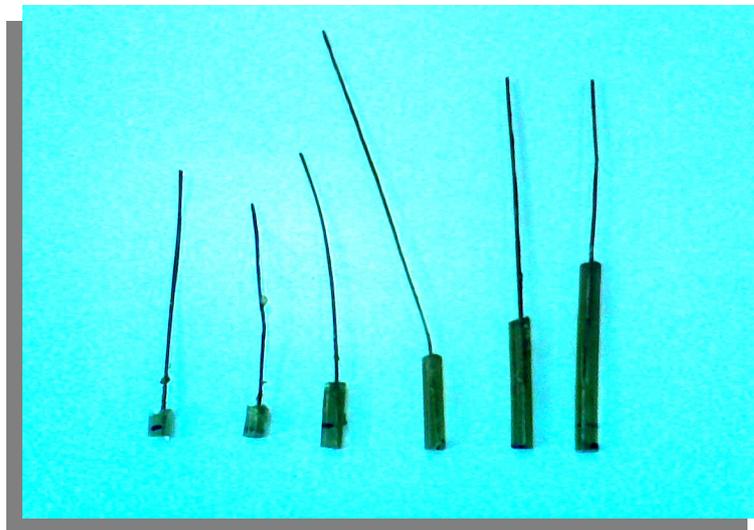


Figura 4.16. Corpos de prova confeccionados para ensaio pullout com diferentes valores de comprimento L embutido na cápsula de resina poliéster.

Assim, a Fig. 4.17 apresenta exemplos de curvas tratativas de força em função do alongamento destes corpos de prova para cada um dos diferentes comprimentos embutidos, de 3 a 40 mm, considerados neste trabalho.

Com relação a estas curvas, é importante observar algumas características específicas. No caso dos menores comprimentos embutidos, a maior parte das fibras foi arrancada da cápsula por deslizamento progressivo em relação à resina epóxi. Isto acarretou serrilhações típicas do processo gradativo de liberação da fibra com respeito à resina a ela ligada. A tensão interfacial relativamente baixa permite que este processo ocorra até $L = 10$ mm como ilustrado nas Fig. 4.17 (a) a (c). Como foi dito, nestes ensaios a fibra é totalmente arrancada da cápsula de poliéster por deslizamento sem se romper (Nascimento et al, 2008).

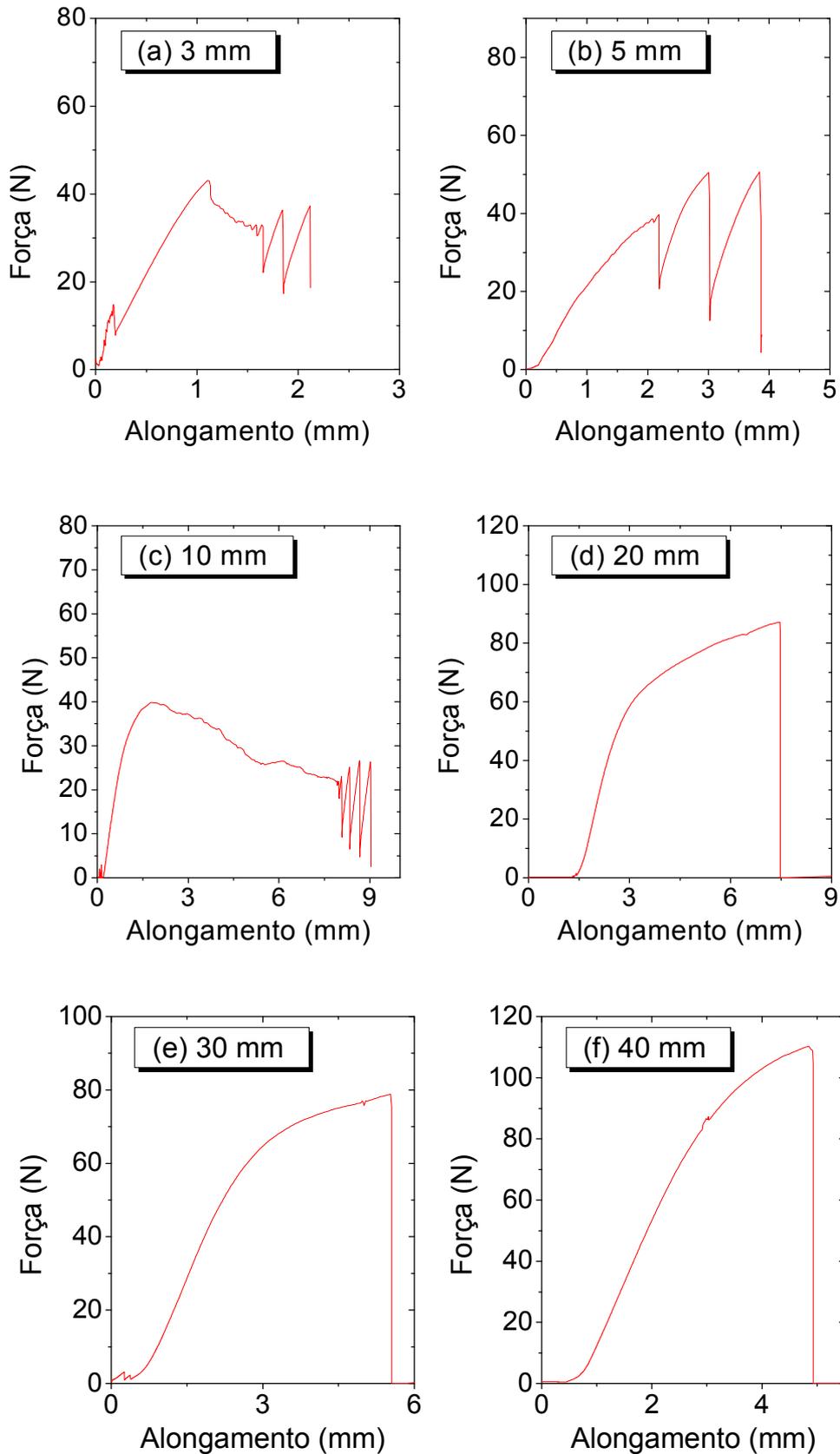


Figura 4.17. Curvas de força em tração vs. alongamento para corpos de prova de fibras de piaçava embutidas em resina epóxi selecionados com diferentes comprimentos embutidos.

Para os maiores comprimentos embutidos, 20, 30 e 40 mm na Fig. 4.18, a tensão máxima é normalmente atingida com a ruptura da fibra sem ocorrer seu

arrancamento da cápsula, ou seja, maiores valores de L impedem o deslizamento da fibra em relação à resina. Neste caso, as curvas de tração, em geral, não apresentam serrilhações e se comportam de maneira contínua até a ruptura da fibra, como exemplificado nas Fig. 4.17 (d) a (f).

Tendo em vista os resultados de todas as curvas, como ilustrado na Fig. 4.17, obtiveram-se as médias e desvios padrão correspondentes a cada comprimento L embutido, conforme listado na Tabela 1.

Tabela 4.3. Tensão trativa de pullout das fibras de piaçava em função do comprimento embutido na resina poliéster.

| Comprimento embutido L (mm) | Tensão de pullout (MPa) |
|--------------------------------|----------------------------|
| 3 | 60,98 ± 37,65 |
| 5 | 82,25 ± 13,86 |
| 10 | 90,65 ± 24,51 |
| 20 | 98,23 ± 39,00 |
| 30 | 132,48 ± 14,53 |
| 40 | 145,74 ± 48,28 |

A partir dos dados da Tabela 4.3, construiu-se o gráfico de pullout mostrado na Fig. 4.18. Neste gráfico, a tensão máxima de pullout na escala vertical está relacionada ao comprimento, L, na escala horizontal. Cada ponto representa a média com o respectivo desvio padrão, ou seja, a barra de erro, para 10 ensaios de corpos de prova similares aos ilustrados na Fig. 4.16.

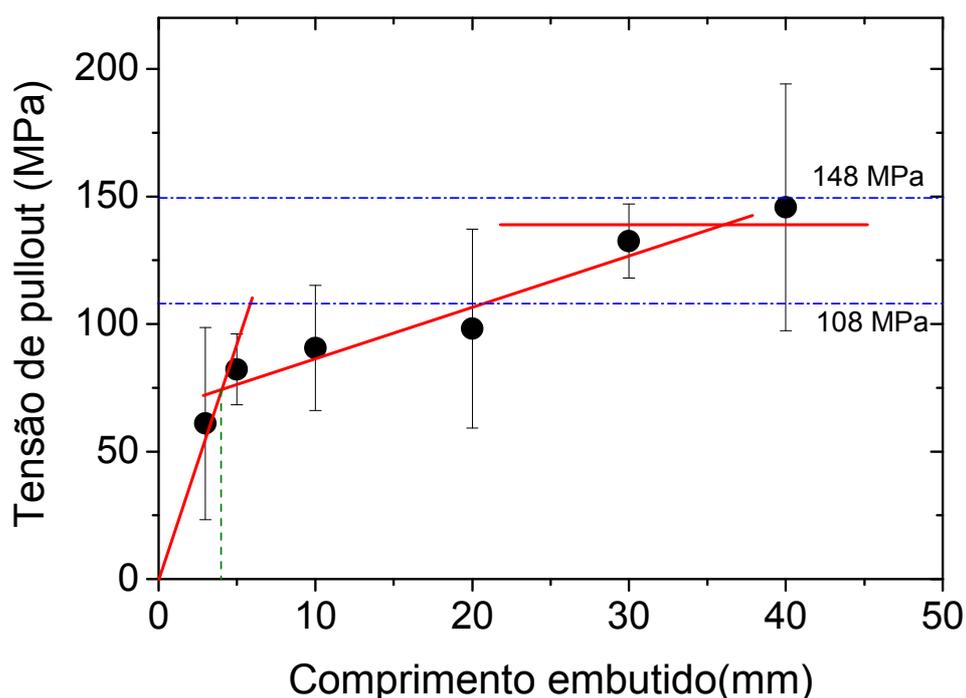


Figura 4.18. Curva de pullout para fibras de piaçava embutidas em resina poliéster.

No gráfico de pullout da Fig. 4.18 estão traçadas duas linhas horizontais tracejadas correspondentes aos limites indicados para a resistência à tração de fibras de piaçava (Aquino; Monteiro; D'Almeida, 2003).

Estes limites de aproximadamente 108 e 148 MPa, englobam os pontos obtidos no presente trabalho para $L = 30$ e 40 mm, bem como a parte superior da barra de erro para $L = 20$ mm. Em princípio, estes resultados são coerentes pois os ensaios de pullout para estes maiores comprimentos embutidos, Fig. 4.18 (d) a (f), romperam nas fibras, simulando ensaios de tração. Em outras palavras, a cápsula de poliéster nestes casos agiu como uma garra, não permitindo que a fibra deslizasse. Isto implica que a força para arrancar a fibra da cápsula, supera aquela para sua ruptura.

Pelos pontos correspondentes aos dois maiores valores de L , 30 e 40 mm, traçou-se uma reta horizontal representativa do nível médio de resistência à tração das fibras investigadas, da ordem de 140 MPa. Para os menores valores de $L = 3$ e 5 mm, nos quais ocorreu efetivo deslizamento da fibra, traçou-se a melhor reta passando pela origem já que, no limite de $L = 0$, a tensão seria nula. Finalmente, entre os pontos de $L = 5, 10, 20$ e 30 mm, ajustou-se a melhor reta que serve de ligação entre as condições de deslizamento e ruptura da fibra. A interseção desta reta do meio com a reta passando pela origem, associada ao deslizamento, indica um comprimento crítico de praticamente 4 mm.

O mesmo procedimento foi utilizado recentemente para se obter o comprimento crítico e a resistência interfacial de fibras de curauá em resina poliéster (Monteiro; Aquino; Lopes, 2008).

Maiores detalhes sobre esta metodologia para a determinação de l_c e τ_i , baseada em três retas no gráfico de pullout, especificamente para fibras lignocelulósicas, estão apresentados em outra publicação (Monteiro; D'Almeida, 2006).

A partir do valor obtido para o comprimento crítico $l_c = 4$ mm de fibras de piaçava embutidas em resina poliéster, foi calculada a tensão interfacial cisalhante, τ_i , utilizando-se a Eq. 4.1. Para tal, usou-se como σ_f o valor da reta horizontal, 140 MPa entre os pontos $L = 30$ e 40 mm, Fig. 4.18, correspondente à pura tensão de ruptura em tração. Para o diâmetro da fibra na Eq. (4.2), utilizou-se o valor médio de 0,92 mm obtido da análise estatística na Fig. 4.20.

$$\tau_i = 14,42 \text{ MPa} \quad (4.2)$$

Este valor é relativamente elevado se comparado com os de outras fibras lignocelulósicas. Entretanto, de acordo com (Monteiro et al, 2009), as rígidas fibras de piaçava, apresentam, comparativamente uma efetivo reforço à matriz poliéster, o que justifica plenamente uma boa resistência interfacial.

Por outro lado, tanto o valor do comprimento crítico, quanto o da tensão cisalhante interfacial obtidos no presente trabalho, diferem bastante dos anteriormente encontrados, cita-se o trabalho desenvolvido por Aquino; Monteiro; D`Almeida (2003), onde para as mesma fibras de piaçava embutidas em resina poliéster. Alguns fatos explicam esta discrepância.

O trabalho desenvolvido por Aquino; Monteiro, D`Almeida (2003) tinha um caráter preliminar e foi submetido à publicação como uma carta de comunicação. O cálculo do comprimento crítico foi feito em um gráfico de pullout cujo menor valor de L era de 5 mm. Na verdade, a metodologia empregada foi diferente da atual pois utilizou, pela falta de menores valores de L, a interseção da reta do meio com a última horizontal, considerando-se a metodologia do presente trabalho. Além disso, o trabalho anterior não apresentou barras de erro nos pontos e utilizou outra versão da equação de Kelly e Tyson (1965) contendo o raio ao invés do diâmetro da fibra.

A Tabela 4.4. apresenta alguns resultados de ℓ_c e τ_i , contendo o do presente trabalho em comparação ao do trabalho anterior e de outras publicações sobre fibras lignocelulósicas em matrizes poliméricas.

| FIBRA/MATRIZ | ℓ_c (mm) | τ_i (MPa) | REFERÊNCIA |
|---------------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------------------|
| Piaçava/poliéster | 4 | 14,4 | Este trabalho |
| Piaçava/poliéster | 15 | 1,9-2,8 | (14) |
| Curauá/poliéster | 10 | 3,4 | (22) |
| Coco/epóxi | 6 | 3,4 | (23) |

Tabela 4.4. Comprimento crítico e tensão cisalhante interfacial para diferentes compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas

Resultados de ensaios de pullout em corpos de prova de fibras de piaçava embutidas com diferentes comprimentos de 3 a 40 mm em resina poliéster permitiram construir um gráfico no qual se identificaram três regiões distintas.

A interseção da primeira reta ajustada aos pontos iniciais de $L=3$ e 5 mm e passando também pela origem, com uma segunda reta do meio ajustada aos pontos de 5, 10, 20 e 30 mm, permitiu determinar-se um comprimento crítico de praticamente $l_c = 4$ mm.

A partir deste comprimento crítico e com o valor da terceira reta horizontal ajustada aos pontos de 30 e 40 mm, calculou-se pela equação de Kelly e Tyson uma tensão cisalhante interfacial, $\tau_i = 14,42$ MPa, relativamente elevada.

Estes valores de l_c e τ_i contrastam com os anteriormente obtidos, mas justificam o comportamento de compósitos com matriz poliéster nos quais as fibras de piaçava apresentam um efetivo reforço. A explicação para este fato seria uma resistência interfacial relativamente elevada como agora obtida

4.2.2.4. ASPECTOS DAS FIBRAS APÓS ENSAIO DE PULLOUT

Como ilustração, a Fig. 4.19 apresenta uma fibra ensaiada com $L = 3$ mm e que escorregou durante o ensaio. A superfície desta fibra está razoavelmente coberta com resina poliéster, exceto por uma região circular no meio, demonstrando uma boa adesão em decorrência da resistência interfacial, Eq. (4.3), relativamente elevada. A Figura ilustra a ponta de ruptura de uma fibra que não escorregou por ter um grande comprimento embutido, $L = 40$ mm.

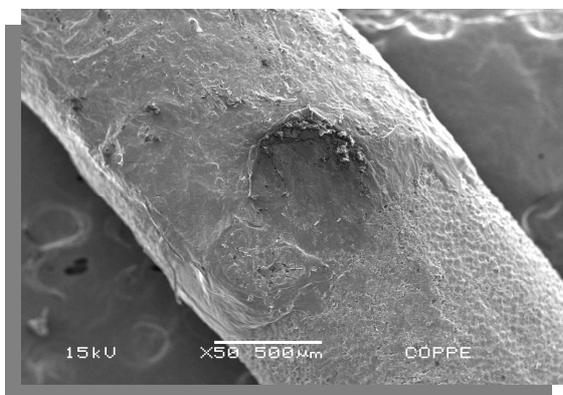


Figura 4.19. Aspecto da superfície de uma fibra de piaçava que escorregou da cápsula com $L=3$ mm.

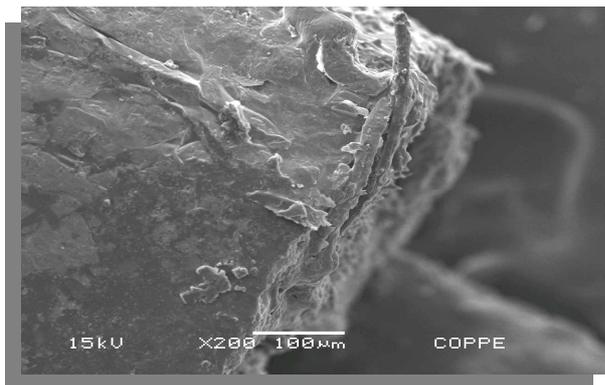


Figura 4.20. Fractografia da ponta de ruptura de uma fibra embutida com L=40 mm que não deslizou.

4.3. ENSAIOS MECÂNICOS NO COMPÓSITO DE PIAÇAVA

4.3.1. ENSAIO DE FLEXÃO DE TRÊS PONTOS

Na Figura 4.21 apresenta-se o comportamento do corpo de prova durante o ensaio de flexão. O comportamento macroscópico dos corpos de prova pode ser de ruptura total, ou parcial, ou mesmo pode não haver a ruptura dos compósitos.



Figura 4.21: Ensaio de Flexão de 3 pontos com corpo de prova de piaçava.

4.3.1.1. ENSAIO DE FLEXÃO NO COMPÓSITO DE PIAÇAVA COM RESINA EPÓXI

Compósitos com fração em peso de 10, 20, 30 e 40% foram fabricados colocando-se as fibras alinhadas em um molde de aço e então vazando-se resina epóxi ainda líquida. Utilizou-se uma resina epóxi comercial do tipo éter diglicidílico

do bisfenol-A (DGEBA) com endurecedor trietileno tetramina (TETA) na proporção de 100 partes de resina para 15 partes de endurecedor, phr 15, que apresenta propriedades mecânicas superiores à proporção estequiométrica (D'Almeida; Monteiro, 1998).

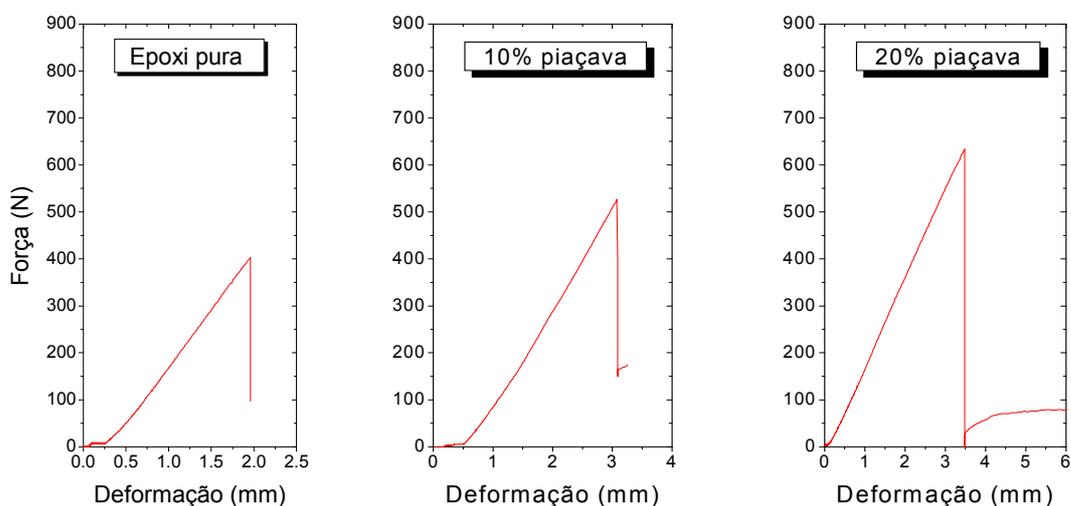
A cura da matriz epoxídica dos compósitos foi realizada à temperatura ambiente, cerca de 25°C, por 24 horas dentro do próprio molde e com uma carga aplicada sobre a tampa para melhor impregnação das fibras com a resina.

Placas retangulares com dimensões médias de 152 x 122 x 8 mm foram extraídas dos moldes e cortadas em 6 corpos de prova com comprimento de 122 mm, largura de 25 mm e espessura de 8 mm. Após um acabamento superficial com lixa, somente para eliminar rebarbas, os corpos de prova foram marcados e ensaiados em flexão de três pontos, segundo a norma ASTM D 790-03 em máquina EMIC modelo DL10000 com capacidade de 100 kN a uma velocidade de deformação de $3,3 \times 10^{-5}$ m/s. Sendo a distância entre os suportes constante e igual a 90 mm, correspondendo a uma relação de abertura para profundidade ("span-to-depth ratio") de aproximadamente 9, a tensão (MPa) foi obtida diretamente da carga Q (N) pela relação:

$$\sigma = \frac{135}{2bd^2} \times Q \quad [4.2]$$

onde b é a largura e d a espessura do corpo de prova, ambas em milímetros.

Exemplos das curvas de carga aplicada pela máquina de flexão vs. a deflexão acarretada no corpo de prova estão ilustrados na Fig. 4.22 para cada fração incorporada de fibra de piaçava (Motta et al, 2008).



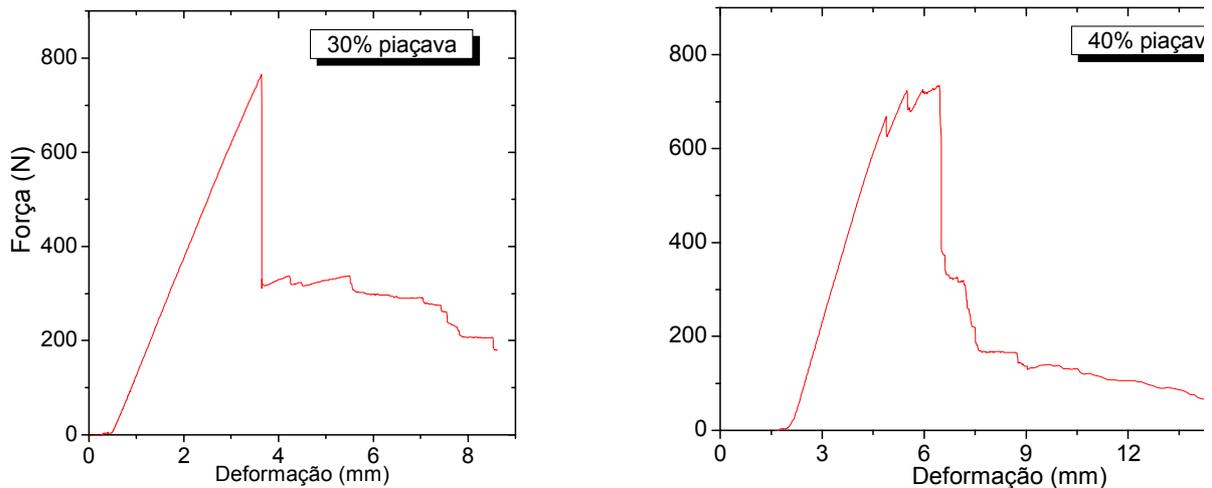


Figura 4.22 - Curvas de carga vs. deslocamento dos ensaios de flexão de compósitos epoxídicos reforçados com diferentes frações de fibras de piçava.

Na Figura 4.22 observa-se que, similar à curva da resina epóxi pura, as curvas de 10 e 20% de fibra são típicas de um comportamento frágil. Ou seja, a fratura ocorre de maneira abrupta logo após o regime elástico, isto é, ao fim do trecho linear do gráfico. Por outro lado, as curvas para 30 e 40% de fibra, após uma súbita queda de parte da carga na fratura, desenvolvem um longo trecho de deformação plástica do corpo de prova, até a ruptura total. Isto significa que quantidades maiores de fibras de piçava incorporadas à matriz epoxídica resistem à propagação das trincas inicialmente nucleadas na frágil matriz. Este fato é fundamental para o comportamento mecânico do compósito como será discutido a seguir.

Por meio de gráficos como os da Fig. 4.22, obteve-se a carga máxima em cada ensaio de flexão e, através da Eq. [4.2], calculou-se a máxima resistência à flexão dos compósitos. Assim, a Fig. 4.23 apresenta a variação da resistência à flexão com a fração em peso das fibras de piçava.

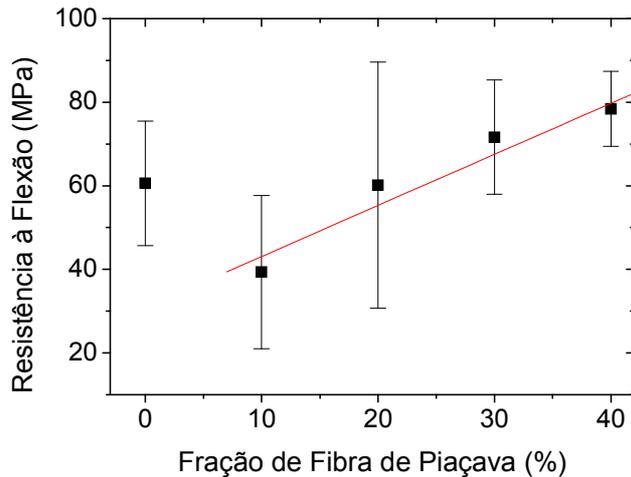


Figura 4.23 – Variação da resistência à flexão dos compósitos epoxídicos com quantidade incorporada de fibras de piaçava.

Na Figura 4.23 destaca-se o fato de que, após um decréscimo na resistência para o compósito com 10% de fibra, segue-se um aumento praticamente linear. Em conseqüência, para as demais frações na Fig. 4.23 ocorre um efetivo reforço já que a resistência destes compósitos ultrapassa a da resina pura.

4.3.1.1.1 FRATURA EM FLEXÃO DE COMPÓSITOS DE PIAÇAVA COM RESINA EPÓXI

A Figura 4.24 apresenta a superfície de fratura em flexão de um corpo de prova de epóxi pura. Nesta figura tem-se uma superfície homogênea característica da ruptura frágil por propagação abrupta de uma única trinca. A incorporação de fibras de piaçava na matriz epoxídica traz importantes modificações.

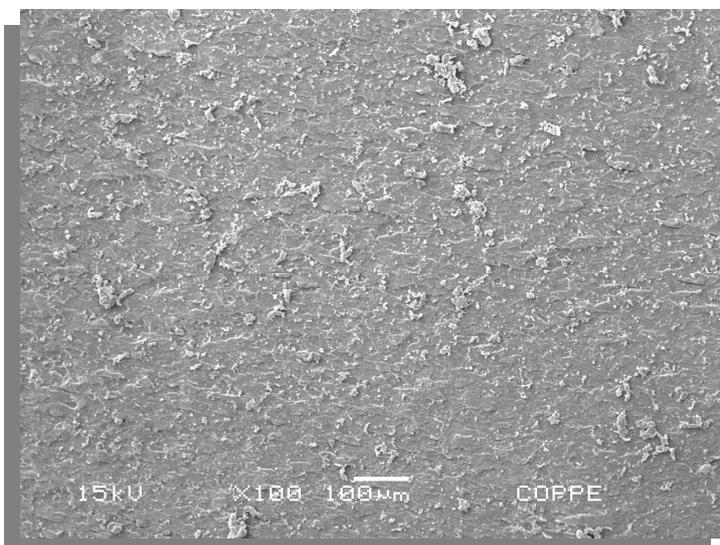


Figura 4.24 – Fractografia por MEV da resina epóxi pura.

A Figura 4.24 apresenta as típicas superfícies de fratura para os compósitos com diferentes frações de fibras de piaçava. Nesta figura, em todos os compósitos, observam-se sinais de descolamento (setas) na interface entre as fibras e a matriz. Ao observar o trabalho desenvolvido em 2003 por Aquino; Monteiro e D'Almeida este comportamento era esperado tendo em vista a baixa tensão de cisalhamento interfacial obtida para a fibra de piaçava em resina poliéster, o que é desvantajoso para o compósito.

Por outro lado, a resistência à tração relativamente alta das fibras de piaçava contribui com vantagem para a complexa situação de reforço destas fibras e permite explicar o comportamento mecânico do compósito na Fig. 4.23.

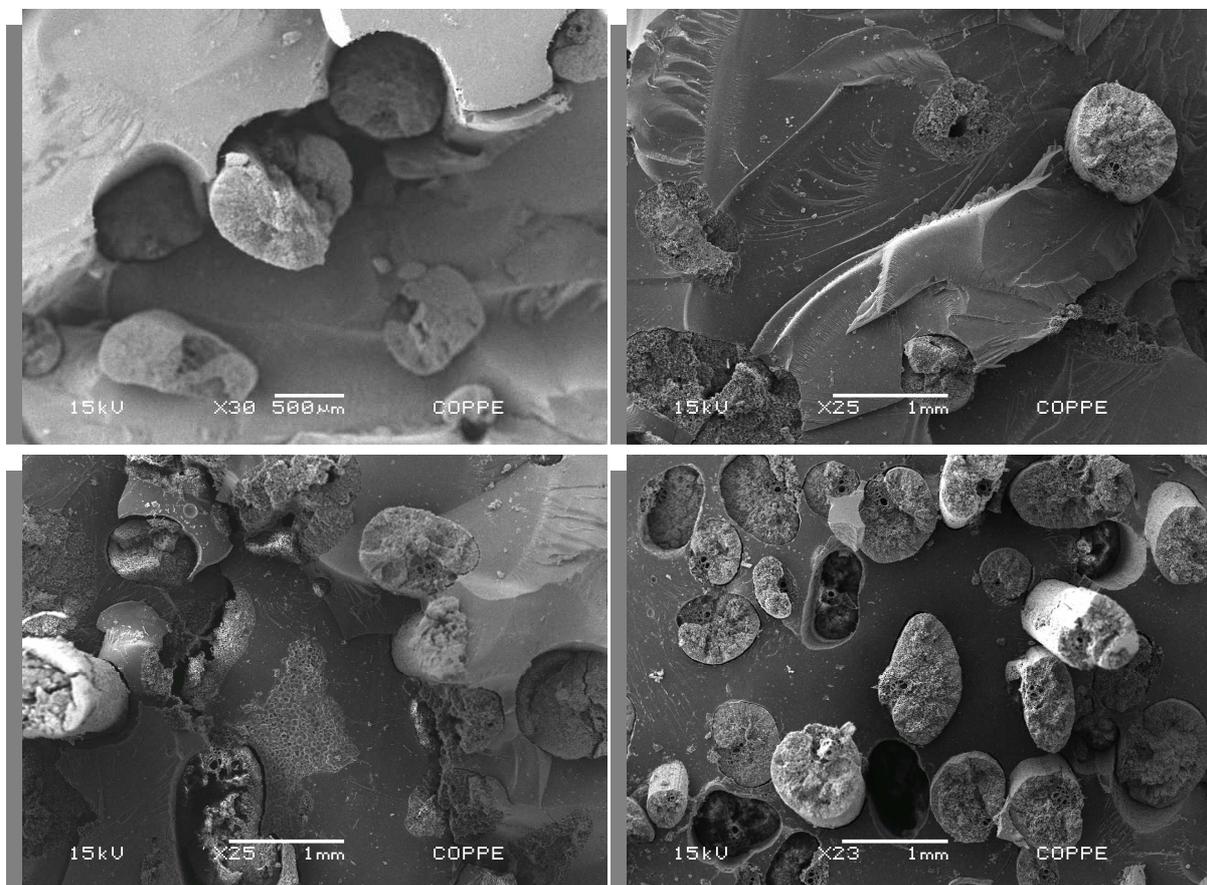


Figura 4.25 – Aspecto geral da superfície de fratura dos compósitos com diferentes frações de fibras de piaçava. (a) 10%; (b) 20%; (c) 30% e (d) 40%

Assim, diferente da epóxi pura na Fig. 4,24, as trincas nos compósitos são nucleadas preferencialmente nos pontos de descolamento interfaciais, setas na Fig. 4.25, em níveis de tensões inferiores à da ruptura da matriz. No caso do compósito com 10% de fibra, Fig. 4.25(a), esta tensão é da ordem de 40 MPa, abaixo, pois, da resistência da matriz epoxídica, por volta de 60 MPa na Fig. 4.23.

A baixa fração de fibras não impede, neste caso, da trinca nucleada propagar-se pela matriz e romper com facilidade o compósito. Acima de 20%, no entanto, as fibras já estão em quantidade suficiente para oferecerem obstáculo à propagação da primeira trinca nucleada. Outras trincas deverão ser nucleadas a tensões mais elevadas para prosseguirem com a ruptura do compósito. Isto pode ser visto no gráfico da Fig. 4.23 para 40% de fibra no qual, antes do ponto máximo, ocorrem serrilhações correspondentes à nucleação e propagação de muitas trincas.

A Figura 4.26 mostra, com maior aumento, as marcas deixadas por uma trinca bloqueada pela fibra de piaçava, à esquerda, do compósito com 40%. Sugere-se, pois, que as fibras contínuas e alinhadas de piaçava tenham um duplo papel na resistência do compósito. Ainda no estágio linear de deformação, os descolamentos da fraca interface fibra/matriz acarretam microtrincas que permitem o início da ruptura a tensões relativamente baixas. A predominância deste papel negativo é o que aparentemente ocorre com o compósito com somente 10% de fibra, Fig. 4.25, e no qual a propagação da primeira trinca prossegue pela matriz, quase sem obstáculo, acarretando súbita ruptura.

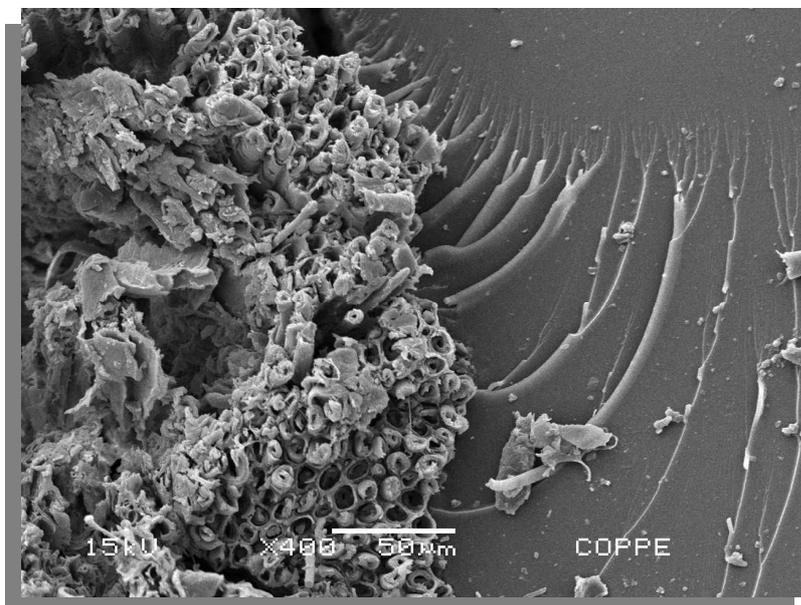


Figura 4.26 – Interação de uma trinca com a fibra de piaçava.

Com maiores quantidades de fibra, o papel de reforço torna-se evidente e cada trinca que inicia propagação a partir da interface, esbarra logo com uma fibra, como mostrado na Fig. 4.26. Até que a fibra se rompa a trinca não poderá prosseguir. Quanto maior a fração de fibra, Fig. 4.23, maior esse papel positivo da resistência do compósito.

4.3.1.2. ENSAIO DE FLEXÃO NO COMPÓSITO DE PIAÇAVA COM RESINA EPÓXI, COM TRATAMENTO DE NaOH

A resistência a flexão do compósito epoxídico incorporado com diferentes quantidades de fibras piaçava que sofreram tratamento alcalino por mercerização sob duas condições distintas, 10% NaOH-1h e 0,1% NaOH-1min (Monteiro, Nascimento, Motta, 2008). A tabela 4.5, a seguir, apresenta os resultados obtidos com a realização deste tratamento.

| Quantidade de Fibras Piaçava (%) | Resistência a Flexão (MPa) dos compósitos com fibras piaçava | | |
|----------------------------------|--|--------------------------------|------------------------------------|
| | Não-tratadas | Tratamento Alcalino 10%NaOH-1h | Tratamento Alcalino 0.1% NaOH-1min |
| 0 | 96.28 ± 14.76 | 96.28 ± 14.76 | 96.28 ± 14.76 |
| 10 | 77.27 ± 16.30 | 60.72 ± 18.16 | 32.14 ± 6.80 |
| 20 | 75.27 ± 22.13 | 64.36 ± 14.25 | 53.31 ± 9.60 |
| 30 | 76.39 ± 21.55 | 64.55 ± 7.55 | 61.12 ± 8.97 |

Tabela 4.5. Resistência à flexão com fibras tratadas e não tratadas nos compósitos fibra piaçava / epóxi

O primeiro ponto a ser observado na tabela é à resistência a flexão que se apresenta mais elevada para os corpos de prova formados a base da resina epóxi pura, que correspondem aos compostos com 0% de fibras de piaçava. No caso do trabalho atual, o valor médio de 96.80 MPa está acima do limite superior de 90 MPa esperado para o sistema epoxídico de DGEBA/TETA. Devido à resistência da matriz epoxídica, era esperado que a incorporação de fibras de piaçava não causasse um reforço real nos compósitos (Callister, 2000). Outro ponto a ser observar são valores relativamente mais baixos de todos os compostos com tratamento alcalino em comparação com aqueles incorporados com fibras sem tratamento.

Figura 4.27 traçou os resultados para a resistência a flexão da tabela 4.4 em função da quantidade de fibra de piaçava incorporada no composto. Pode-se ver nesta figura que a introdução de fibras contínuas e alinhadas, não tratada e do tratamento alcalino, fibras de piaçava tratadas incorporadas a matriz epoxídica diminui, na média, a força do composto. Ou seja, as fibras de piaçava tratadas com tratamento de mercerização não contribuem enquanto reforço para a matriz epoxídica como fizeram para os compostos da matriz de poliéster (De Deus, Monteiro e D'Almeida, 2005).

Entretanto, deve-se observar que dentro das barras de erro que correspondem ao desvio padrão, as fibras sem tratamento e àquelas com forte tratamento (10%NaOH-1h), compostos da fibra do piaçava apresentam uma força aproximadamente constante em torno de MPa 70. Ressalta-se que este nível de força é mais elevado do que aqueles relatados para outros compostos da fibra

natural, tais como a juta/resina Epóxi e o sisal/resina epóxi, na ordem de MPa 50 (Aquino, D'Almeida Monteiro, 2001).

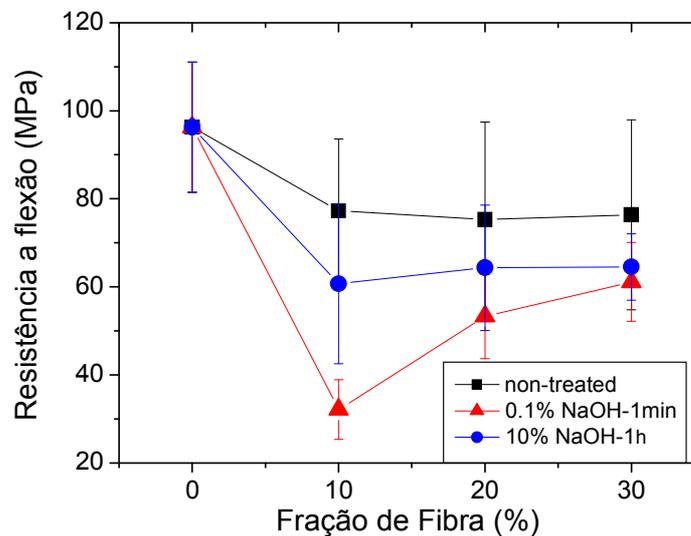


Figura 4.27. Ruptura a flexão com diferentes quantidades de fibras de piaçava nos compósitos.

Questionamentos surgem no meio científico a respeito dos resultados apresentados na tabela 4.5 e Fig. 4.27, as questões norteiam respostas a respeito da razão para a diminuição significativa na força dos compostos para fibras tratadas por fraca merceirização (0.1%NaOH-1min). De fato, para esta alcalinização fraca, a força obtida de 31.14 MPa está comparativamente mais baixa para os compósitos com 10% de fibras de piaçava e aumenta para 61.12 MPa para o compósito com 30% de fibras do piaçava. Uma resposta possível a estas questões pode ser encontrada nos efeitos causados na superfície da fibra pela alcalinização. O ataque da mercerização pelo NaOH remove camada da superfície natural que torna a fibra hidrófila e melhora a relação da fibra/matriz. Entretanto, estudos realizados por D'Almeida, Aquino e Monteiro (2006), o NaOH igualmente remove as camadas mais rígidas da fibra contendo silício que contribuem à aderência da fibra/matriz.

4.3.1.2.1. FRATURA EM FLEXÃO DE COMPÓSITOS DE PIAÇAVA COM RESINA EPÓXI COM FIBRA TRATADA NAOH

Figura 4.28 mostra o aspecto das superfícies da fibra de piaçava que foram sujeitadas aos dois tratamentos distintos de alcalinização em comparação com uma superfície da fibra sem tratamento. Nesta figura uma deve observar a

diferença na quantidade de saliências dependendo da condição do tratamento (Monteiro, Nascimento e Motta, 2008)

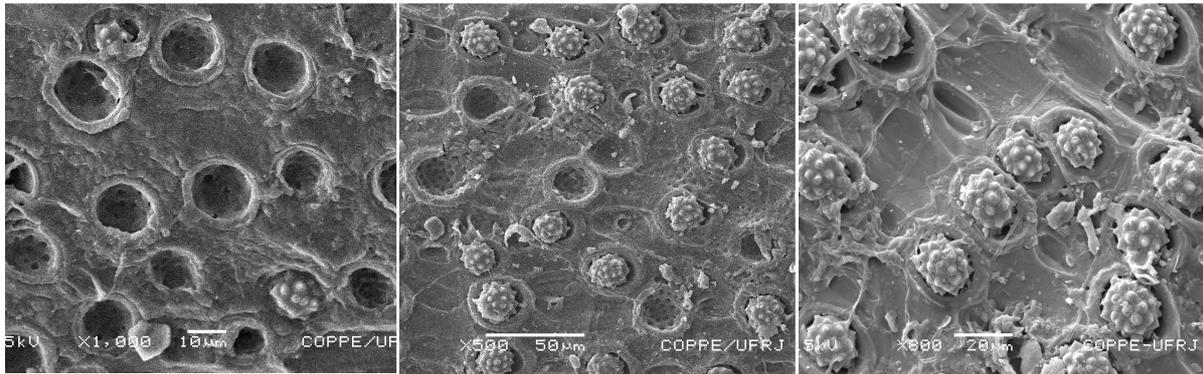


Figura 4.28. Parte de sílica nas protuberâncias superfície da fibra de piaçava: (a) Forte tratamento alcalino; (b) Fraco tratamento alcalino (c) Sem tratamento.

No caso da forte mercerização (10%NaOH-1h), Fig. 4.28 (a), praticamente todas as protuberâncias foi removida. A mercerização leve (0.1%NaOH- 1 minuto), Fig. 4.28 (b), porém remove somente parcialmente as saliências, quanto a fibra sem tratamento, Fig. 4.28 (c), conserva mais suas saliências de superfície

Baseado nos resultados em Fig. 4.28, sugere-se que a forte mercerização, embora remova todas as protuberâncias, igualmente remova de forma eficiente a camada da superfície e permita uma boa adesão à matriz epoxídica. Isto conduz a um aumento razoável na resistência, Fig. 4.28, a nível mais baixo do que aquele para os compósitos incorporados com fibra de piaçava sem tratamento, onde a saliência permanece no lugar, Fig. 4.28 (c). Pelo contraste, a fraca mercerização remove parte das saliências, Fig. 4.28 (b) mas não é capaz de remover a camada espinhosa da superfície da fibra. Uma diminuição significativa na resistência do compósito, Fig. 4.28, ocorreu então para a fraca mercerização 0.1%NaOH-1min.

4.3.2. ENSAIO DE IMPACTO EM COMPÓSITO DE PIAÇAVA

4.3.2.1. ENSAIO DE IMPACTO CHARPY EM COMPÓSITOS DE PIAÇAVA E RESINA EPÓXI

A Figura 4.29 apresenta a curva de variação da energia de impacto Charpy com a quantidade de fibra de piaçava no compósito. Vale mencionar que a variação dos valores de energia mostrada nesta figura aumenta exponencialmente com a fração de fibra de piaçava. Além disto, quanto maior a quantidade de fibra incorporada, maior se torna o desvio padrão. Esta imprecisão nos valores é

reconhecida como uma característica da heterogeneidade própria das fibras lignocelulósicas (Yue; Looi; Quek, 1995).

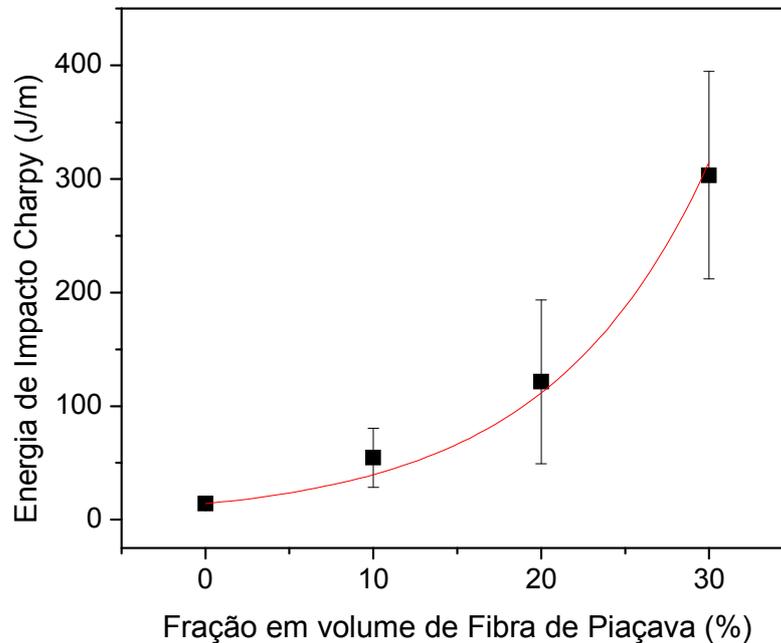


Figura 4.29: Energia de impacto Charpy em função da fração em volume de fibras de piaçava.

A curva da Fig. 4.29 mostra que a incorporação de fibra de piaçava na matriz de epóxi aumenta de forma considerável a tenacidade ao entalhe do compósito, medida pela energia de impacto Charpy. Este resultado, de um modo geral, já era esperado, uma vez que o reforço de fibras, tanto sintéticas quanto naturais, reconhecidamente aumenta a energia de impacto de compósitos com matriz polimérica (Fu; Lauke; Mäder; Hu; Yue C.Y, 1999; Leão; Tan; Craschi, 1998)

Callister (2000) que já havia exposto anteriormente a baixa resistência ao cisalhamento, τ_i , da interface entre a fibra de piaçava e a matriz de epóxi contribui para uma ineficiente transferência de esforços da matriz para a fibra, acarretando maior energia absorvida no impacto. Este fenômeno explica o nível superior obtido para a energia de impacto Charpy na Fig. 4.29.

A Figura 4.30, a seguir, apresenta o aspecto dos corpos de prova, com diferentes frações em peso de piaçava, após terem sido rompidos por impacto Charpy.



Figura 4.30: Aspecto dos corpos de prova rompidos por impacto Charpy.

Pode-se perceber através da Fig.4.30 que, até 20% de piaçava, os corpos de prova foram totalmente separados em duas partes após o impacto. O papel do reforço destas fibras no impacto pode ser verificado pelas pontas de fibra de piaçava que se destacam das superfícies rompidas, 10 e 20%. Por outro lado, os compósitos com 30% de fibras de piaçava não se romperam mesmo para um ensaio de impacto especialmente usando o maior martelo Charpy disponível de 21,6 J. Verifica-se que, ao ocorrer o impacto, a frágil matriz de epóxi foi localmente fragmentada. Entretanto, as fibras de piaçava na região do impacto não se romperam, mas se dobraram a tal ponto que permitiram às extremidades do corpo de prova se soltarem dos respectivos batentes de apoio no equipamento. Ou seja, as fibras de piaçava foram curvadas em torno da superfície da cabeça do martelo Charpy sem se romperem e sem se separarem, Fig. 4.30, das extremidades onde a matriz de epóxi permaneceu intacta (Nascimento, Motta, Monteiro, 2008).

O resultado da energia de impacto Charpy no caso do compósito com 30% de fibra na Fig. 4.30, não pode ser comparado com outros resultados nos quais os corpos de prova são totalmente rompido em duas partes. No entanto, tem-se uma indicação da elevada tenacidade conferida ao compósito pela fibra de piaçava devido à sua dificuldade em romper-se sob carga impactante (Nascimento, Motta, Monteiro, 2008).

4.3.2.1.1. FRATURA EM CHARPY EM COMPÓSITOS DE PIAÇAVA E RESINA EPÓXI

Assim a Figura 4.31 apresenta a fractografia de um corpo de prova de epóxi pura.

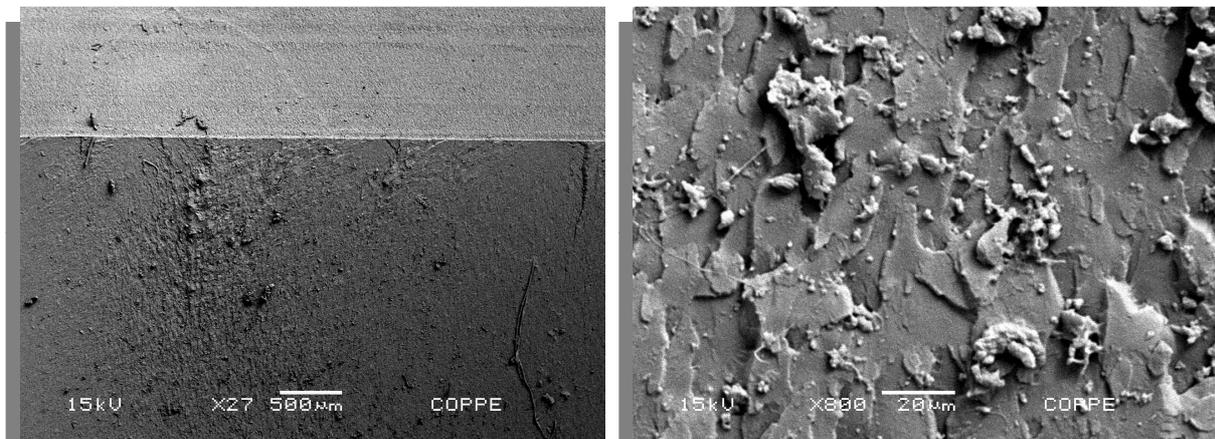


Figura 4.31 – Fratura Charpy do corpo de prova de resina epóxi. (a) 27 x; (b) 800 x.

Com menor aumento, Fig. 4.31(a), tem-se uma faixa horizontal mais clara, parte superior, correspondente ao entalhe feito pela fresa. A parte inferior, mais escura, corresponde à superfície transversal da fratura ocasionada pelo impacto. Com maior aumento, Fig. 4.31 (b), esta superfície de fratura revela aspectos e marcas que podem estar associados à ruptura por propagação de uma trinca nucleada a partir do entalhe. Estes aspectos, inclusive pequenas depressões resultantes da porosidade introduzida pelas condições de processamento, típicos de polímeros termofixos com baixa tenacidade.

A Figura 4.32 apresenta, com baixo aumento, a fratura de um corpo de prova com 20% em peso de fibra de piaçava. Nesta figura verifica-se que algumas fibras foram rompidas rentes e outras se salientando em relação à matriz epóxi, esta com aspecto liso. Observam-se também na Fig. 4.32 vazios associados ao total descolamento de fibras que provavelmente ficaram presas na outra parte do corpo de prova fraturado. Isto demonstra que a tensão interfacial fibra/matriz é o efetivo mecanismo responsável pelo aumento da tenacidade do compósito, causado pelo reforço de fibras longas e alinhadas de piaçava.

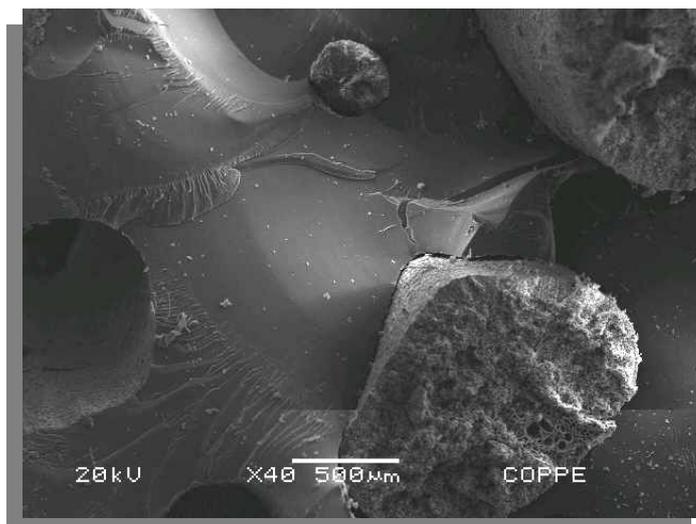


Figura 4.32: Micrografia da superfície de fratura do corpo de prova com 20% de fibra.

Na Figura 4.32, a seguir, ilustrando o caso dos compósitos com 30 % em volume de fibras de piaçava, observam-se as marcas deixadas por uma trinca bloqueada pela fibra de piaçava, à esquerda, do compósito. Sugere-se, pois, que as fibras contínuas e alinhadas de piaçava tenham um duplo papel na resistência do compósito. Os descolamentos da fraca interface fibra/matriz acarretam microtrincas que permitem o início da ruptura a tensões relativamente baixas. Além disto, com o aumento da fração de fibras de piaçava, estas servem também como bloqueio à propagação de trincas. Estas condições se associam para promover a grande capacidade do compósito de resistir ao impacto através do aumento da energia absorvida e assim contribuir para a elevada tenacidade registrada nos compósitos.

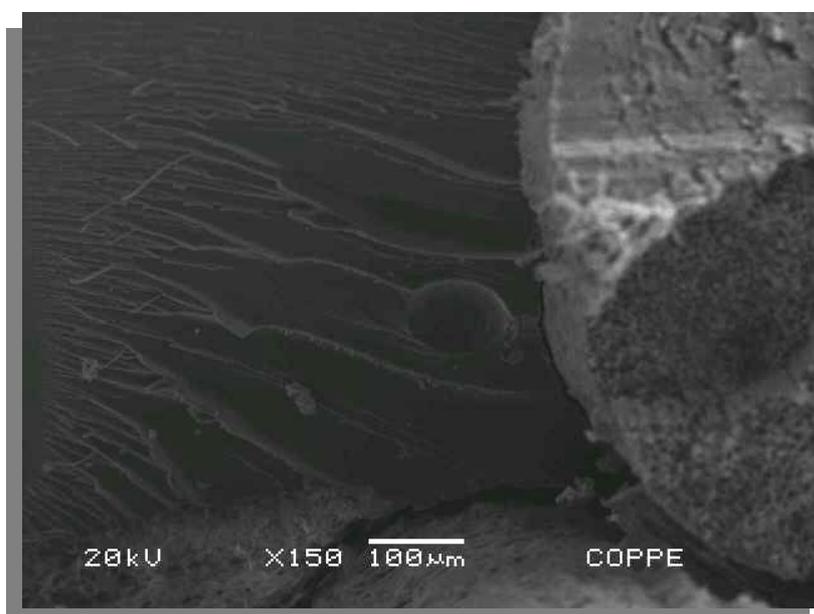


Figura 4.33: Micrografia da superfície de fratura do corpo de prova com 30% de fibra.

4.3.2.2. ENSAIO DE IMPACTO IZOD DE COMPÓSITOS EM PIAÇAVA COM RESINA EPÓXI

A Figura 4.34 apresenta a variação da energia do impacto Izod com diferentes quantidades de fibras de piaçava incorporando compósitos epoxídicos (Nascimento, Monteiro e Motta, 2009).

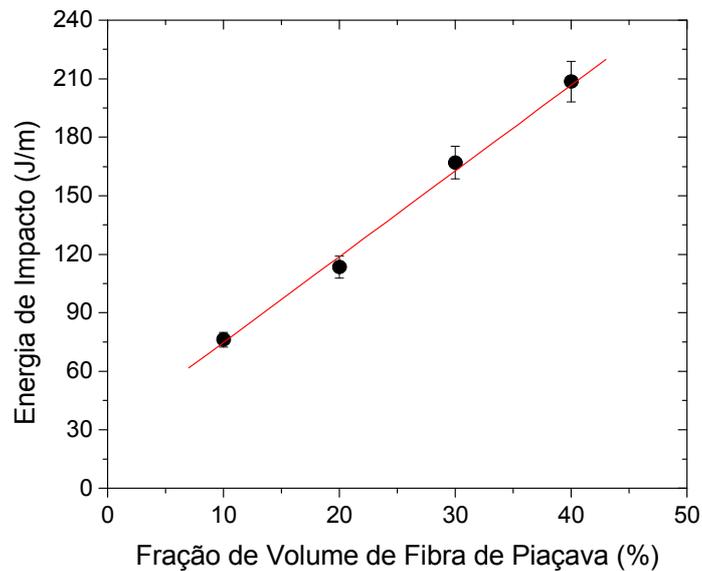


Figura 4.34. Energia de Impacto Izod em função de diferentes quantidades de fibras de piaçava.

Nesta figura deve-se observar que a incorporação da fibra de piaçava na matriz epoxídica melhora significativamente a resistência ao impacto do compósito. Dentro do desvio padrão, esta melhoria pode ser considerada como uma função linear no que diz respeito à quantidade de fibra de piaçava até 40%. Os valores mostrados nesta figura são consistentes com os resultados relatados na literatura. O reforço de uma matriz polimérica com fibras sintéticas e naturais aumenta a dureza do impacto do composto (Monteiro, Aquino, Lopes, D'Almeida, 2006; Callister, 2000; Fu, Lauke, Mader, Hu, Yue, 1999; Leão, Tan, Carashi, 1998).

Neste trabalho, usando-se fibras de piaçava alinhadas e por maior volume revela-se que a resistência ao impacto é significativamente mais elevada do que os valores relatados para os compósitos do polipropileno reforçados com 50% de fibras lignocelulósicas curtas e orientadas de forma aleatória. A maior resistência de impacto na matriz epoxídica em comparação com a matriz do polipropileno pode

ser uma razão para o desempenho superior encontrado no trabalho atual. Entretanto, há outros fatores importantes relativos à fratura ao impacto, característica de polímeros reforçado com fibras naturais longas e alinhadas (Nascimento, Monteiro e Motta, 2009).

Tabela 4.6 – Comparação dos valores da resistência ao impacto de compósitos poliméricos reforçados com diferentes fibras naturais

| COMPÓSITO | VOLUME DE FIBRA (%) | CONDIÇÃO DAS FIBRAS NO COMPÓSITO | ENERGIA DE IMPACTO IZOD (J/m) |
|-----------------------------------|----------------------------|---|--------------------------------------|
| Juta/Polipropileno | 50 | Curtas e orientadas randomicamente | 39 |
| Sisal/ Polipropileno | 50 | Curtas e orientadas randomicamente | 51 |
| Flax/ Polipropileno | 50 | Curtas e orientadas randomicamente | 38 |
| Wood/ Polipropileno | 50 | Curtas e orientadas randomicamente | 28 |
| Curaua/ Polipropileno | 50 | Curtas e orientadas randomicamente | 54 |
| Coco/ Polipropileno | 50 | Curtas e orientadas randomicamente | 46 |
| Coco/poliéster | 40 | Longas e alinhadas | 121 |
| Piaçava/epóxi (Presente Trabalho) | 30 | Longas e alinhadas | 209 |

A maior resistência ao impacto é demonstrada em função da baixa relação entre uma fibra natural hidrófila e uma matriz polimérica hidrofóbica que contribui para a transferência ineficaz da carga da matriz a uma fibra mais longa. Isto conduz à superfície relativamente maior da fratura e à energia mais elevada do impacto necessária para a ruptura do compósito (Yue, Looi, Quek, 1995).

A incorporação fibras de alinhadas de piaçava por longo tempo revela alterações no que diz respeito à matriz epóxi pura (fibra de 0%) em que uma ruptura totalmente transversal ocorre. Mesmo com a 10% da fibra, a ruptura é já não completamente transversal. Isto indica que as rachaduras nucleadas no entalhe propagarão inicialmente de forma transversal através da matriz epoxídica, como esperado em um polímero monolítico. Entretanto, quando a parte inicial da rachadura alcança uma fibra, a ruptura prosseguirá através da relação. Conseqüentemente, depois do impacto do martelo de Izod, algumas fibras longas serão retiradas da matriz as, devido a sua conformidade, não quebrarão, mas simplesmente se dobrarão. De fato, para quantidades de fibra acima de 10%, os

corpos de prova não são separados totalmente. Para estas quantidades de fibras longas de piaçava, a parte do corpo de prova foi dobrado para permitir que o martelo continue sua trajetória sem levar a peça superior do corpo de prova, como esperado em um teste de Izod. O valor da resistência impacto neste caso não pode ser comparado com o valor de outro corpo de prova que está rompido totalmente. Em todo o caso, o fato de que um corpo de prova não está separado completamente em duas partes subestima a dureza do impacto. Ou seja, em um compósito onde todas as fibras foram quebradas, a energia de impacto aplicada ao compósito seria mesmo mais elevada (Nascimento, Monteiro e Motta, 2009).

4.3.2.2.1. FRATURA EM IZOD EM COMPÓSITOS DE PIAÇAVA COM RESINA EPÓXI

A Figura 4.35. apresenta detalhes da superfície da fratura de impacto de um corpo de prova de compósito epoxídico com 30% de fibras de piaçava. Esta fractografia mostra uma adesão eficaz entre as fibras e a matriz epoxídica, onde as rachaduras propagam de forma longitudinal. Algumas das fibras foram retiradas da matriz e outros foram quebradas durante o impacto. Pelo contraste, a parte do corpo de prova em que a ruptura ocorreu de forma longitudinal através da relação da fibra/matriz revela que a maioria da área da fratura está associada com a superfície da fibra.

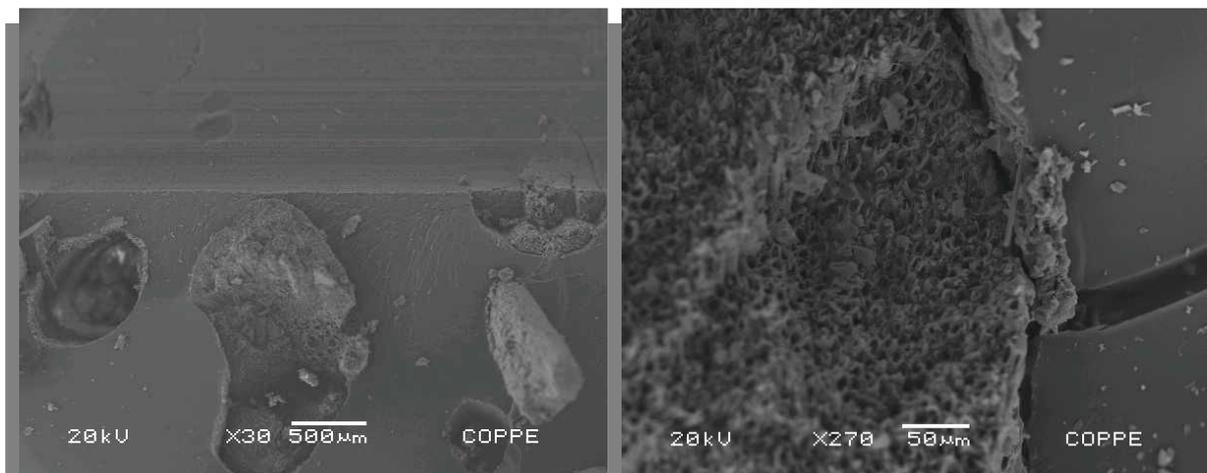


Figura 4.35. Fratura do impacto na superfície de um compósito epoxídico reforçado com 30% de fibras de piaçava: (a) 30X e (b) 270 X.

Este comportamento corrobora o mecanismo da ruptura das rachaduras que propagam preferencialmente entre a superfície da fibra de

piaçava e a matriz de resina epóxi devido à baixa força interfacial (Yue, Looi, Quek, 1995). A área maior da fratura, Fig. 4.35, está associada com as fibras longas e alinhadas que atuam como o reforço para o compósito, o que justifica a absorção de maior energia de impacto, Fig. 4.34, com uma quantidade crescente de fibras de piaçava.

4.4. ENSAIOS TÉRMICOS

4.4.1. DMA DE COMPÓSITOS DE PIAÇAVA COM RESINA EPÓXI

Corpos de prova retangulares com dimensões nominais de 50 x 13 x 5 mm foram utilizados nos ensaios dinâmico-mecânicos. A fabricação destes corpos de prova iniciou-se com a colocação separadamente de: 5, 10, 15, 20, 25 e 30% em volume de fibras alinhadas de piaçava segundo o comprimento de um molde de silicone com as dimensões nominais acima mencionadas. Além de corpos de prova dos compósitos, fabricou-se também um corpo de prova da resina epoxídica pura. A Figura 4.36 ilustra o aspecto dos corpos de prova (Nascimento et al, 2009).



Figura 4.36. Corpos de prova de compósitos de fibra de piaçava com diferentes frações volumétricas, reforçando matriz epóxi, para ensaios de DMA.

Por sobre as fibras de piaçava alinhadas dentro do molde de silicone, verteu-se resina epóxi, ainda líquida, do tipo éter diglicídico do bisfenol A (DGEBA) já misturada em proporção estequiométrica de 11,5% em peso com o endurecedor trietileno tetramina (TETA). Esta proporção corresponde à relação phr 13, ou seja, 13 partes de endurecedor por 100 partes de resina. Após colocação da resina no molde, os corpos de prova foram curados à temperatura ambiente, de aproximadamente 25°C, por 24 horas antes de serem retirados do respectivo molde.

Cada corpo de prova, inclusive o de resina epóxi pura, isto é, 0% de fibra, foi submetido a ensaio de DMA no modo de flexão de três pontos em equipamento da TA Instrument, modelo Q800, operando sob fluxo de nitrogênio, com frequências de 1 Hz e taxa de aquecimento de 3oC por minutos. Curvas de variação com a temperatura dos módulos de armazenamento, E' , e perda, E'' , bem como da tangente δ foram simultaneamente registradas entre 25 e 195oC. As temperaturas correspondentes aos picos nestas curvas bem como os níveis dos módulos também foram indicados.

Das diversas curvas de DMA obtidas para os corpos de prova ensaiados, somente as mais significativas serão aqui apresentadas em virtude de limitações de espaço para esta publicação. A Figura 4.37 mostra o conjunto de curvas dos parâmetros dinâmico-mecânicos obtido em função da temperatura para a resina epóxi pura. Curvas semelhantes para o compósito epoxídico com o valor máximo incorporado de 30% em volume da fibra de piaçava estão apresentadas na Fig.4.37.

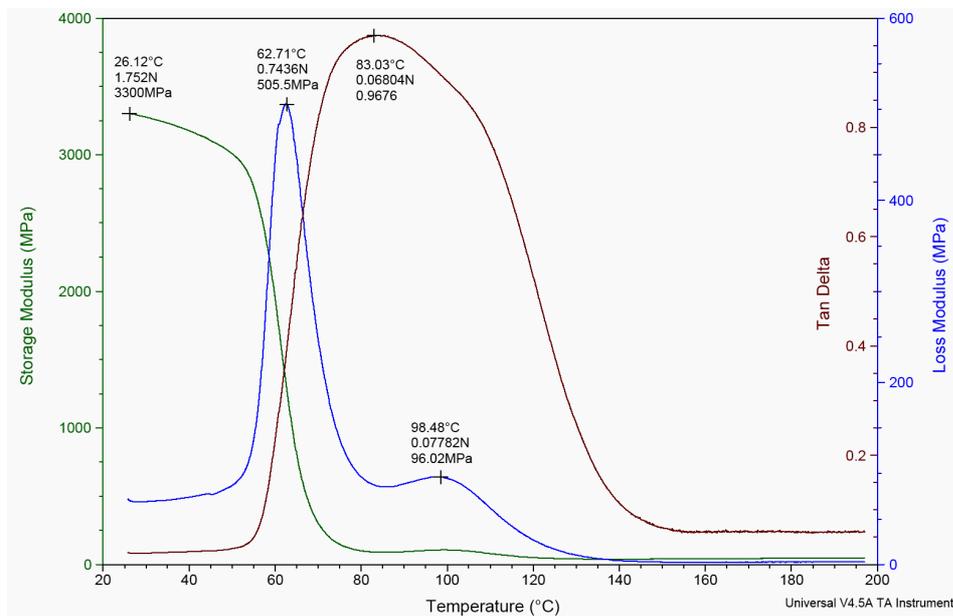


Figura 4.37. Variação com a temperatura dos parâmetros de DMA para a resina epóxi pura.

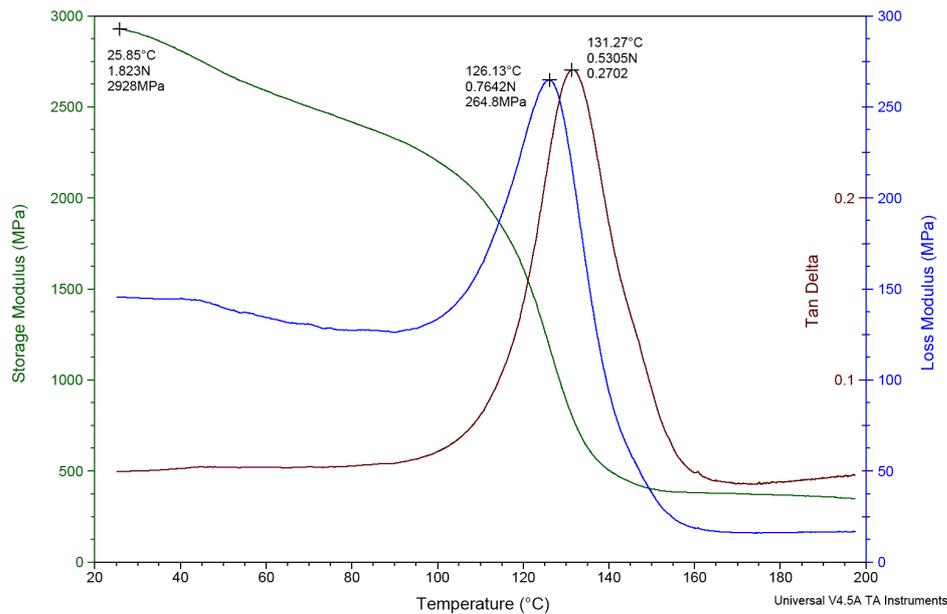


Figura 4.38. Variação com a temperatura dos parâmetros de DMA para o compósito epoxídico incorporado com 30% em volume de fibras de piaçava.

Nas curvas das Fig. 4.37 e 4.38, juntamente com curvas semelhantes obtidas para os outros corpos de prova com diferentes percentuais de fibras incorporadas com piaçava, foram identificados picos relacionados com a transição de estrutura cristalina para amorfa na matriz epoxídica dos compósitos. Na realidade, não existe uma única temperatura de transição vítrea, T_g , mas sim um intervalo que se inicia com a queda pronunciada na rigidez viscoelástica, medida pelo módulo de armazenamento, e se estende até o máximo de amortecimento na estrutura indicada pelo pico na tangente δ . Detalhes desses picos e de mudanças de comportamento com a temperatura serão apresentados a seguir.

A Figura 4.39 mostra a variação do módulo de armazenamento, E' , com a temperatura para todos os compósitos estudados, incluindo a resina epóxi pura. Vale aqui lembrar que E' está associado à rigidez viscoelástica do material, ou seja, sua capacidade de suportar cargas mecânicas com deformação elástica recuperável com o tempo. Observando o trabalho desenvolvido por Mohanty; Verm; Nayak (2006) em princípio, seu valor seria aproximado ao do módulo de elasticidade em flexão. O detalhe a ser destacado na Fig. 4.39 é o decréscimo marcante no valor de E' a partir de 50°C para todas as curvas. Este decréscimo estende-se até por volta de 80°C e caracteriza o amolecimento térmico do material. A partir desse ponto, o valor de E' segue em um patamar quase constante, onde se observa distintamente o efeito do reforço das fibras de piaçava, já que E' aumenta

gradativamente de cerca de 100 MPa na epóxi pura até 400 MPa, no compósito com 30% de fibra de piaçava. Vale também mencionar que um dos valores inferiores da T_g , correspondente ao início da transição da fase vítrea para a amorfa, está relacionado com o decréscimo de E' , neste caso por volta de 50°C para os compósitos investigados.

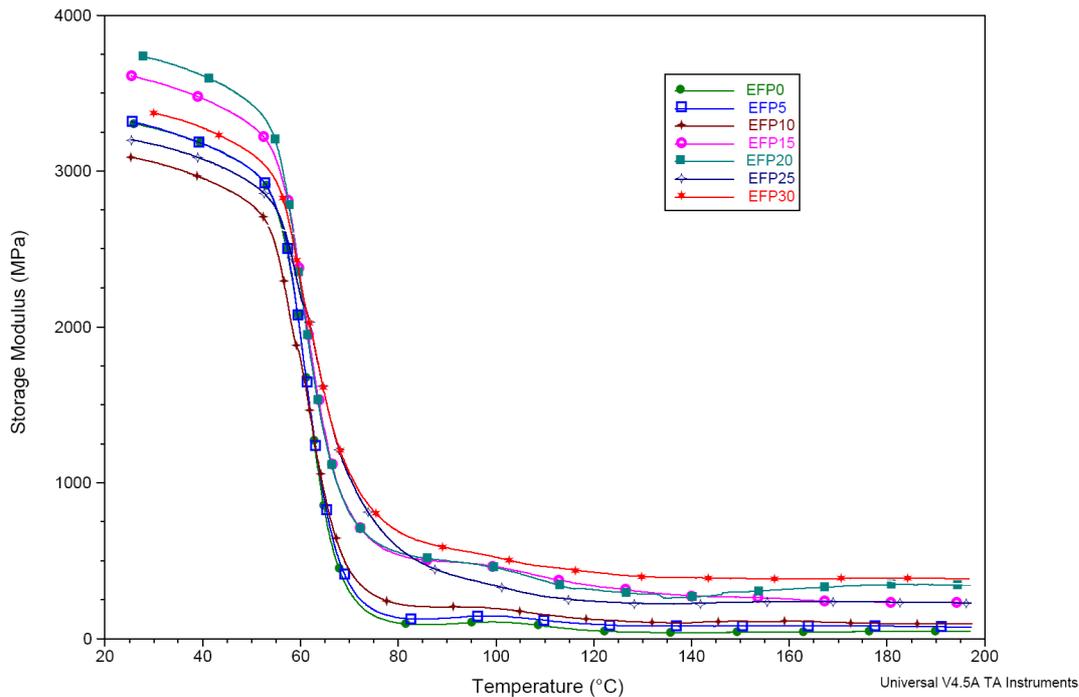


Figura 4.39. Variação do módulo de armazenamento, E' , com a temperatura para os compósitos epoxídicos incorporados com diferentes frações de fibras de piaçava.

A Figura 4.40 mostra a variação do módulo de perda, E'' , com a temperatura para todos os compósitos investigados, incluindo a resina epóxi pura. O fato a ser destacado nesta figura refere-se aos picos bem delineados, todos situados entre 60 e 65°C. De acordo com Mohanty; Verma; Nayak (2006) estes picos podem ser identificados como o reconhecido pico α de relaxação do materiais, atribuído à mobilidade das cadeias na fase cristalina do polímero da matriz. O mecanismo para esta relaxação estaria associado à reorientação das áreas de defeito na estrutura cristalina. Nota-se na Fig. 4.38 uma tendência à diminuição da amplitude dos picos α bem como o deslocamento de sua posição para temperaturas ligeiramente mais elevadas com a introdução das fibras de piaçava. Isto implica que o reforço ocasionado pelas fibras de piaçava altera a mobilidade das cadeias epoxídicas,

possivelmente devido à interação fibra/cadeia, vindo de encontro ao que Machado; Biagiotti; Kenny (2002) havia descrito em seu trabalho.

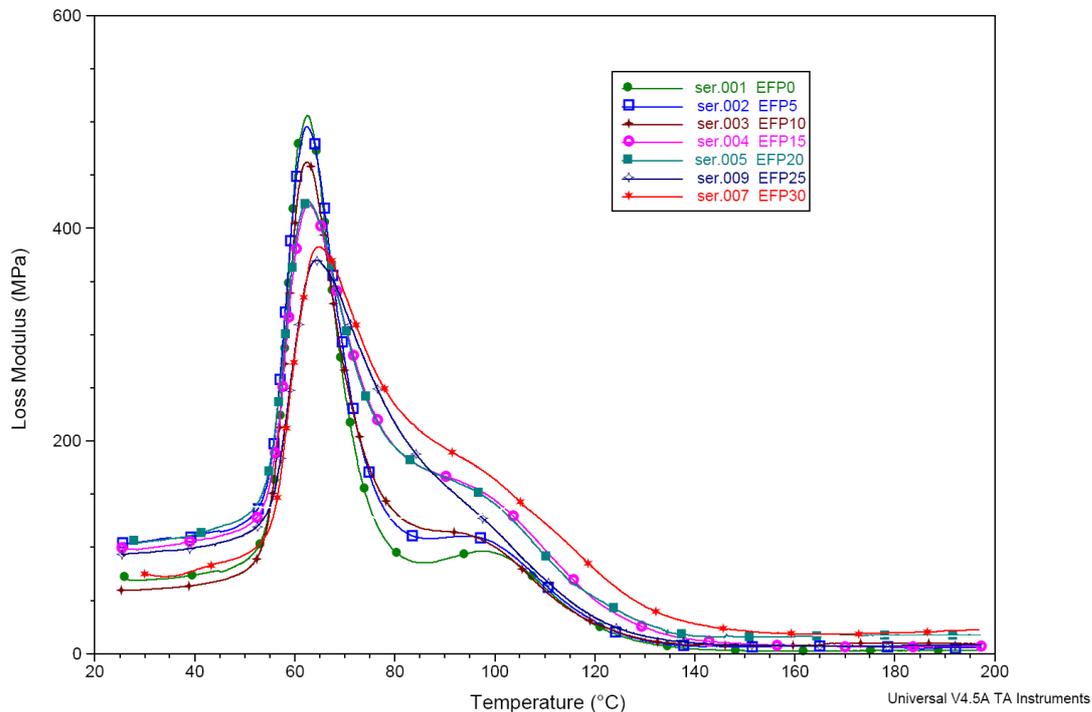


Figura 4.40 Variação do módulo de perda, E'' , com a temperatura para os compósitos epoxídicos incorporados com diferentes frações de fibras de piaçava.

A Figura 4.41 mostra a variação da $\tan \delta$ com a temperatura para todos os compósitos investigados, incluindo a resina epóxi pura. Vale aqui recordar que, de acordo com Mohanty; Verma;Nayak (2006), a $\tan \delta$ está associada ao fator de alteração dinâmico-mecânica, relacionado à capacidade de amortecimento, da estrutura do material. No caso de um polímero, como a matriz epoxídica, este amortecimento decorre do equilíbrio entre as fases elástica e viscosa. Observa-se na Fig. 4.41 que o pico de $\tan \delta$ para a epóxi pura tem amplitude maior que o dos compósitos e está ligeiramente deslocado para maiores temperaturas. Isto indica que a introdução das fibras de piaçava tende a diminuir a capacidade de amortecimento da matriz epoxídica. Uma vez mais, a causa seria a interação das fibras com as cadeias moleculares da epóxi. Considerando-se que o pico de $\tan \delta$ corresponda ao limite superior da transição vítrea, as fibras de piaçava estariam então facilitando a perda de cristalinidade da matriz, permitindo que esta ocorresse a temperaturas um pouco mais baixas.

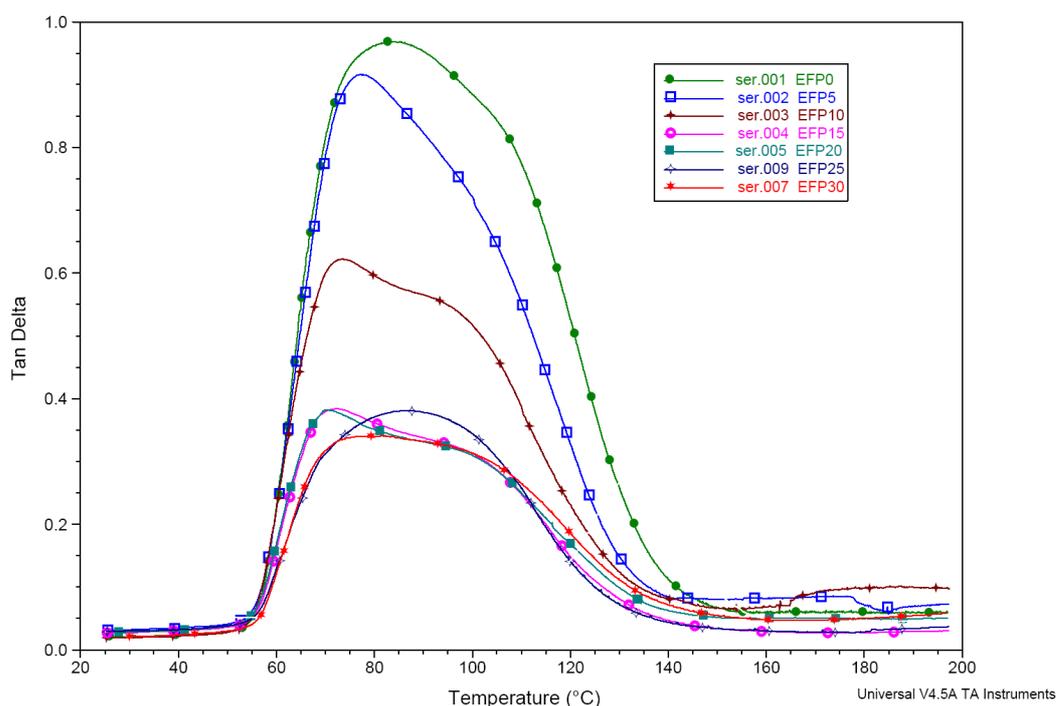


Figura 4.41. Variação da tangente δ com a temperatura para os compósitos epoxídicos incorporados com diferentes frações de fibras de piaçava.

Como observações finais, é relevante comentar que a introdução de fibras de piaçava na matriz epoxídica acarreta um efetivo reforço dinâmico no compósito. Este reforço se traduz tanto no aumento significativo da rigidez viscoelástica na região de amolecimento térmico, acima de 80°C, quanto na restrição à mobilidade das cadeias moleculares da resina epóxi a cerca de 60°C. Além disto, as fibras de piaçava também dificultam, embora ligeiramente, a transição da estrutura vítrea para a amorfa da matriz epoxídica.

As observações finais obtidas através deste ensaio vem de encontro ao trabalho já publicado por Mohanty; Verma;Nayak (2006), no qual os autores afirmam que a causa de todos estes efeitos dinâmico-mecânicos acarretados pelas fibras de piaçava aparentam estar relacionados à interação destas fibras com as cadeias moleculares da resina epóxi.

4.4.2. ANÁLISE TÉRMICA: TGA DA FIBRA DE PIAÇAVA

Os resultados obtidos através das análises termogravimétricas esta

mostrado na figura 4.42.

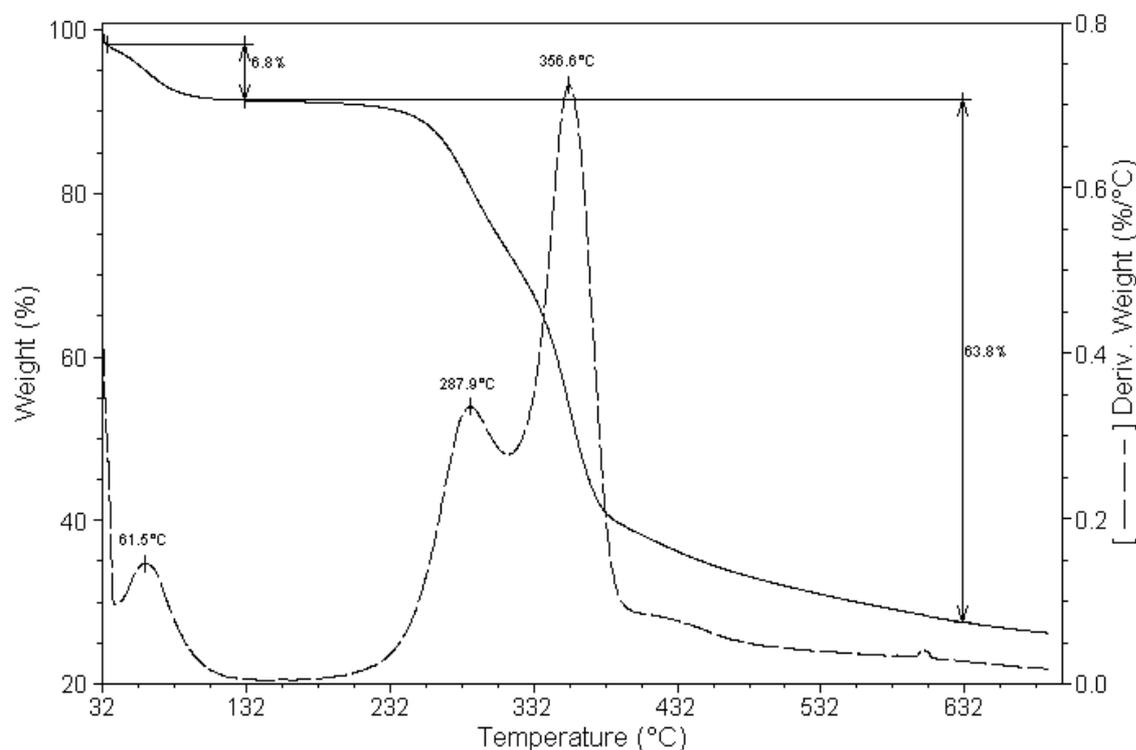


Figura 4.42. Análise Termogravimétrica das fibras de piaçava.

É possível verificar que ocorre uma perda de massa entre 80 – 85°C. A temperatura de degradação da fibra de piaçava começa a partir de 230°C. De acordo com Santos (2002), esta perda de massa pode ser atribuída à degradação dos constituintes principais da fibra: hemicelulose, celulose e lignina

Destaque para a baixa temperatura para a perda de massa de 6,8%. Resultados similares foram obtidos por Aquino (2003) e Santos (2002), que atribuíram a baixa temperatura para a perda de massa à capacidade da fibra absorver umidade. Segundo Santos (2002) o valor encontrado é menor que o encontrado para sisal (~11%), mas comparável àquele encontrado para o linho.

A temperatura de degradação térmica das fibras da piaçava também está de acordo com os valores reportados na literatura e apresentados por Aquino (2003), nos quais a temperatura de degradação da piaçava se inicia a partir de 225 °C.

Observa-se também a curva primeira derivada da perda de massa em função da temperatura, dois picos referentes a altas temperaturas são percebidos na figura 4.42, 287,9 °C e 356,6 °C. Os valores obtidos também se assemelham aos valores encontrados na literatura, onde o valor correspondente ao primeiro pico

é relacionado à decomposição da celulose, reportando a estudos realizados com fibras de juta, onde a decomposição da celulose nesta fibra ocorre é de 345°. O pico de lignina pode estar relacionado a hemicelulose, reportando a valores encontrados na literatura, valores entre 260 °C, similar aos resultados encontrados por Agrela, Thomas, Carvalho, (2009), Aquino (2003) e Aquino, Monteiro e D'Almeida (2006).

4.4.3. DSC DA FIBRA DE PIAÇAVA

A figura 4.43 apresenta os resultados obtidos para o ensaio de DSC da fibra de Piaçava.

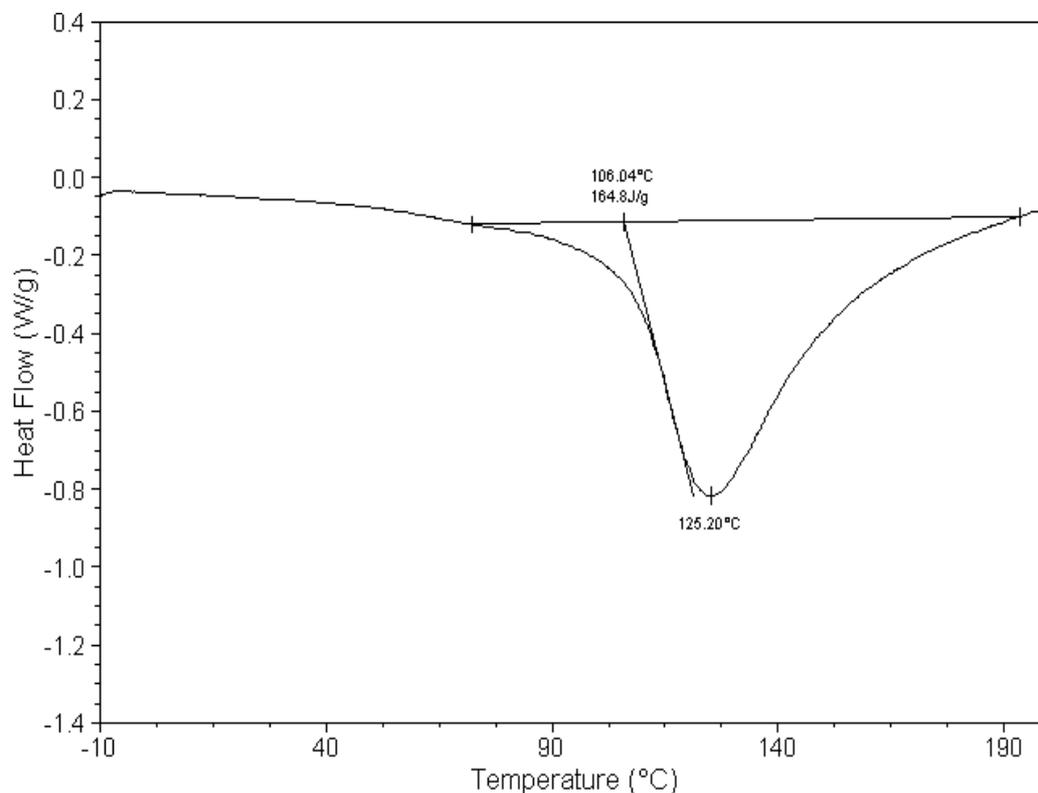


Figura 4.43. Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) das fibras de piaçava.

Considerando o pico exotérmico na curva de DSC foi possível determinar os tempos iniciais e finais do processo de cristalização da Fibra de Piaçava. A curva DSC apresenta dois resultados endotérmicos a 106,04°C e 125,20 °C, O primeiro foi associado à quebra das ligações inter e intramoleculares e o evento registrado a 125,20°C deve-se à degradação da celulose. Resultado comparado aos obtidos por Caraschi & Leão (1999) para a fibra de curauá.

* * *

Esse capítulo procurou fazer uma análise da aplicação da metodologia proposta para a realização do compósito em estudo. Doravante, no capítulo seguinte realiza-se uma síntese final do trabalho, levantando conclusões e discussões sobre a temática estudada.

CONCLUSÃO

5. 1. Considerações finais

- Os resultados obtidos para as propriedades das fibras de piaçava, assim como de seu compósito revelam a potencialidade deste material frente a outras fibras lignocelulósicas e também às fibras sintéticas.
- O método de probabilidade de Weibull aplicado a tensões máximas em tração de fibras de piaçava não foi capaz de identificar, com precisão, uma relação com o diâmetro da fibra. O parâmetro de escala, θ , e o módulo de Weibull, β , por seus valores não permitiram estabelecer uma equação com significado físico que pudesse correlacionar a tensão máxima com o diâmetro das fibras de piaçava. O que se verificou, no entanto, foi uma aparente variação inversa, ou seja, a tensão máxima varia de forma inversa ao diâmetro, o que indica que as fibras com menor diâmetro apresentaram os melhores resultados.
- O comprimento crítico dos corpos de prova de fibra de piaçava fixada à resina epóxi DGEBA/TETA estequiométrica, para comprimentos embutidos de 5 a 40 mm demonstraram, através das observações da superfície de fibras arrancadas da cápsula no ensaio de pullout, uma boa aderência da resina epóxi à fibra de piaçava.
- O comprimento crítico dos compósitos de piaçava com resina poliéster variando de 3 a 40 mm permitiram construir um gráfico no qual se identificaram três regiões distintas. As quais permitiu determinar-se um comprimento crítico de praticamente $l_c = 4$ mm. e uma tensão cisalhante interfacial, $\tau_i = 14,42$ MPa, relativamente elevada, demonstrando o efetivo reforço obtido nos compósitos com matriz poliéster.

- Compósitos fabricados com fibras contínuas e alinhadas de piaçava reforçando matriz epoxídica podem ser reforçados desde que a fração de fibras seja superior a 10% em volume. a fraca interface fibra/matriz permite que trincas iniciem propagação a tensões relativamente baixas podendo acarretar súbita ruptura no caso de frações de piaçava até 10%. Por outro lado, a fibra também tem um papel de obstáculo à propagação de trincas que, no caso de frações acima de 20%, contribui para um efetivo reforço no compósito.
- O tratamento de mercerização de fibras de piaçava incorporadas em matriz de epóxi, degrada a superfície da fibra para qualquer solução de NaOH e tempo de imersão estudados e reduz resistência a flexão do compósito.
- Compósitos de matriz epoxídica estequiométrica DGEBA/TETA reforçada com fibras contínuas e alinhadas de piaçava apresentam resistência à flexão em nível inferior ao da matriz epoxídica pura. Compósitos com matriz epoxídica incorporada, com fibras longas de piaçava, previamente tratadas em distintos níveis de mercerização, um forte correspondente a 10% de NaOH por 1 hora e outro fraco em 0,1% de NaOH por 1 minuto, tiveram sua resistência à flexão reduzida em relação a compósitos com fibras sem tratamento.
- Compósitos constituídos de fibras contínuas e alinhadas de piaçava reforçando matriz epoxídica, apresentam um aumento exponencial nos valores de energia ao impacto, ou seja, a tenacidade ao entalhe aumenta a medida que aumenta a fração de fibras de piaçava em ensaios de impacto Charpy, em relação à resina epóxi pura. O aumento elevado na tenacidade ao entalhe, medida pela energia de impacto Charpy, é verificado quanto maior for a fração incorporada, até pelo menos 30% em peso de fibra de piaçava. Para frações de fibra de piaçava superiores a 20%, o aumento na tenacidade ao entalhe revela comportamento próprio devido à grande energia despendida em se dobrar as fibras que bloqueiam as trincas e não conseguem ser rompidas dentro dos procedimentos do ensaio de Charpy.
- Parte deste aumento na tenacidade é devido à baixa tensão interfacial entre a fibra de piaçava e a resina poliéster. Isto acarreta maior energia absorvida no impacto em decorrência da propagação longitudinal de trincas na interface fibra/matriz, gerando maior área de ruptura em relação a uma fratura transversal que ocorra na matriz rompendo as fibras. Para frações de fibra de piaçava superiores a 10% em peso, o aumento da tenacidade ao entalhe pode

também, em parte ser devido à energia despendida em se dobrar as fibras que não são rompidas após o impacto do martelo Charpy.

- Os ensaios de Izod realizados com fibras de piaçava com matriz epoxídica demonstram que a energia associada a tenacidade ao impacto aumenta linearmente com a fração reforçadora de fibras de piaçava em compósitos epoxídicos.
- Ensaios de DMA em compósitos com matriz epoxídica DGEBA/TETA, estequiométrica, reforçada com até 30% em volume de fibras de piaçava revelaram um efeito de reforço dinâmico associado a algumas alterações nos parâmetros da resina epóxi pura.
- Após uma queda acentuada acima de 50°C, o módulo de armazenamento, E' , se estabiliza em valores significativamente maiores para os compósitos com fibras de piaçava. Isto indica que as fibras dificultam o processo de amolecimento térmico da resina epóxi a partir de 80°C. Tanto a amplitude quanto a posição do pico α associado ao máximo no módulo de perda, E'' , são ligeiramente afetados pela introdução das fibras de piaçava. Este fato, aparentemente, está ligado a restrições na mobilidade das cadeias moleculares da matriz epoxídica. Os picos da $\tan \delta$ também são sensivelmente afetados pelas fibras de piaçava nos compósitos.
- Em particular, o decréscimo no valor máximo da epóxi pura pode ser atribuído a alterações na transição vítrea devido a interação das fibras com as cadeias moleculares da matriz epoxídica.
- No ensaio de DSC, considerado o pico exotérmico na curva de DSC foi possível determinar os tempos iniciais e finais do processo de cristalização da Fibra de Piaçava. A curva DSC apresenta dois resultados endotérmicos a 106,04°C e 125,20 °C, O primeiro foi associado à quebra das ligações inter e intramoleculares e o evento registrado a 125,20°C deve-se à degradação da celulose.

5. 2. Recomendações para trabalhos futuros

A resistência da fibra de piaçava, assim como do compósito formado pela resina epóxi, avaliada através de ensaios mecânicos foi objeto principal desta tese de doutoramento.

Porém, além do mencionado acima, acrescenta-se que no decorrer da presente Tese de doutoramento foram identificados assuntos os quais se beneficiariam com a realização de futuras pesquisas. De importância particular são os seguintes:

- Análise da influência no compósito com as fibras mais resistentes.
- Realizar ensaios mecânicos em compósitos constituídos com fibras mais resistentes.
- Realizar ensaios térmicos com fibras mais resistentes.
- Realizar ensaios térmicos DSc no compósito em estudo.
- Realizar avaliação por microscopia óptica digital da microestrutura de compósitos poliméricos reforçados por fibras de piaçava.

5. 3. Artigos Publicados relacionados à tese

Nascimento, Denise Cristina de Oliveira Nascimento (2009) WEIBULL ANALYSIS TENSILE TESTED PIASSAVA FIBERS WITH DIFFFERENT DIAMETERS. Symposium TMS: Characterization of Minerals, Metals, and Materials. USA. 2010 <http://cmsplus.tms.org>.

Sergio N. Monteiro, Denise C. O. Nascimento, Ludy C. Motta (2009). EFFECT OF PIASSAVA WASTE FIBER SURFACE TREATMENT ON THE REINFORCEMENT STRENGTH IN EPOXY COMPOSITES, Symposium REWAS: Characterization of Minerals, Metals, and Materials. P.1-10. São Francisco. 2009 <http://cmsplus.tms.org>.

Nascimento, Denise Cristina de Oliveira; Sergio Neves Monteiro, Bluma Guenther Soares, Rubén Jesus Sanchez Rodriguez, Djalma Souza (2009). COMPORTAMENTO DINÂMICO MEDIDO POR ENSAIOS DE DMA DE COMPÓSITOS DE FIBRAS DE PIAÇAVA REFORÇANDO MATRIZ DE RESINA EPOXI: 64º Congresso Anual do Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 13 a 17 de julho de 2009 – Belo Horizonte – MG. p. 1-10.

Ludy da Conceição Motta, Denise Cristina de Oliveira, Sergio Neves Monteiro, Felipe Perissé Duarte Lopes, Lucas Lopes da Costa (2009). Determinação da Resistência Interfacial através de Ensaios de Pullout de Fibras de Piaçava

Embutidas em Resina Poliéster. 64º Congresso Anual do Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 13 a 17 de julho de 2009 – Belo Horizonte – MG. p. 1-10.

Sergio N. Monteiro, Regina Coeli M. P. Aquino, Denise C. T. Nascimento, Ludy C. Motta (2009). CHARACTERIZATION OF THE TOUGHNESS OF PIASSAVA FIBER REINFORCED EPOXY MATRIX BY IZOD IMPACT TEST. Symposium TMS: Characterization of Minerals, Metals, and Materials. P.69-74. USA. 2009 <http://cmsplus.tms.org>.

Denise Cristina de O. Nascimento, Sergio N. Monteiro, Ludy da Conceição Motta, Aquino, R.C.M.P. (2008) DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA INTERFACIAL ATRAVÉS DE ENSAIOS DE PULLOUT DE FIBRAS DE PIAÇAVA EMBUTIDAS EM RESINA EPÓXI. In: 18º CBECIMAT - CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, Porto de Galinhas, PE, Brasil, 2008, p. 1-12.

Denise Cristina de O. Nascimento, Ludy da C. Motta, Sergio N. Monteiro (2008). RESISTÊNCIA AO IMPACTO CHARPY DE COMPÓSITOS DE MATRIZ EPÓXI REFORÇADA COM FIBRAS DE PIAÇAVA. In: 18º CBECIMAT - CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, Porto de Galinhas, PE, Brasil, 2008, p. 1-12.

Ludy da Conceição Motta, Denise Cristina de Oliveira Nascimento, Sergio Neves Monteiro, Felipe Perissé Duarte Lopes, Lucas Lopes da Costa (2008). COMPORTAMENTO MECÂNICO DE COMPÓSITOS COM MATRIZ POLIÉSTER REFORÇADA COM FIBRA DE PIAÇAVA. In: 63º CONGRESSO ANUAL DO CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS – ABM, Jul. 2008, Santos, Brasil, p. 1-10.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGARWAL, B.D., LAWRENCE, J.B. (1980) Analysis and performance of fiber composites. New York: A Wiley Interscience, 1980, 1p.

AGOPYAN, V; SAVASTANO Jr, H. (1997) Uso de materiais alternativos à base de fibras vegetais na construção civil: experiência brasileira. In: Seminário Iberoamericano de materiais Fibrorreforzados, 1. Y Reunion del projecto Pop VIII. 5. Cytel, 3 Calli, 1997; p, 23-40.

AGRELA, S. P.; THOMAS, N.I.R. ; JOSE, N. M. ; CARVALHO, R. F.(2009). Physical Characterization of pissava (*Attalea funifera* Mart) fibre and lees. In: 11th International Conference on Non-conventional Materials and Technologies, 2009, Bath. NOCMAT 2009. Bath, UK : University of Bath, 2009. v. 1.

AMICO, S. C.; COSTA, T. H. S.; CARRERA, L. C. Carrera; SANTANA, W. ; GALVÃO, D. A. G. (2001) Caracterização de Fibras de Sisal da Região Nordeste do Brasil. 16th Brazilian Congresso f Mechanical Engineering, 2001.

AQUINO, RCMP.(2003) Desenvolvimento de compósitos de Fibras de Piaçava da espécie *Attalea Funifera* Mart e Matriz de Resina., Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) Rio de Janeiro, UENF, Universidade Estadual do Norte Fluminense, P-13.

AQUINO, RCMP.(2005) Desenvolvimento de compósitos de Fibras de Piaçava da espécie *Attalea Funifera* Mart e Matriz de Resina., Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) Rio de Janeiro, UENF, Universidade Estadual do Norte Fluminense, 132 p.

AQUINO, R.C.M.P.; D'Almeida, J. R. M., MONTEIRO, S. N (2002). Fibra de Piaçava como reforço de compósitos com resina polimérica – 57 ° Congresso Anual Internacional da Associação Brasileira de Materiais e Metalurgia – São Paulo, 2002.

AQUINO, R. C. M. P.; ALMEIDA, J. R. M; MONTEIRO, S.N. (2005). Análise do Compósito de Piaçava/Resina poliéster, como substituto da Madeira. In: 60° Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 24-27 de julho de 2006, Belo Horizonte, MG, Brasil.

AQUINO, R.C.M.P.; MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. (2003) 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.

AQUINO, R.C.M.P., D'ALMEIDA, J.R.M., MONTEIRO, BARBOSA, C.G.A (2003). Evaluation of piassava fiber's mechanical properties using the Weibull analysis.

Proceedings of the 58th Annual ABM Congress. Rio de Janeiro, Brazil, pp. 1699-1705.

AQUINO, R.C.M.P. D'ALMEIDA, J.R.M.; MONTEIRO, S.N (2007). Dynamic Mechanical Behavior of piassava fibers (*Attalea funifera*) reinforced polyester composites. *International Journal of Polymeric Materials*, v. 56, p. 397 – 403, 2007.

ARGAWAL, B.D. and BROUTMAN, L. J. (1990) *Analysis and Performance of Fiber Composites*. John Wiley & Sons, New York.

ASKELAND, D. R. (1985), *The Science and Engineering of Materials*, 3rd edition, Publishing Company.

ASHBEE, K. H. G. (1993). *Fundamental Principles of fiber Reinforced Composites*, 2 edition, Technomic Publishing Company, Inc. Lancaster, PA.

BEUCHER, S.; LANTEJOU, C. Use of Watersheds in Contour Detection (1979). In: PROC. INT. WORKSHOP IMAGE PROCESSING, REAL-TIME EDGE AND MOTION DETECTION/ESTIMATION, CCETT/INSA/IRISA, IRISA Report n° 132, Rennes, France, 1979, p. 2.1-2.12

BLEDZKI, AK, REIXHMANE S., GASSAN J. (1996). Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites. *J.Appl.Polym.Sci.* 59: 1329-1336.

BROUTMAN, L.J. and R. H. KROCK (1967), *Modern Composite Materials*, Addison-Wesley Publishing Co., Reading, MA.

CALLISTER, W.D., (2000) *Materials Science and Engineering- 2nd Introduction*, John Wiley and Sons, Canada P445.

CANTWELL, W. J. e MORTON, J (1991). The impact Resistance of Composites Materials – a Review – *Composites*; vol. 22, n.5. 1991.

CARASCHI, J.C.; LEÃO, A.L. (1999) Chemical and thermal characterization of curaua fiber. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON FRONTIERS OF POLYMERS AND ADVANCED MATERIALS, Poznan, Polonia, 1999, p. 13-14.

CARVALHO, E.A. (2007) Avaliação da influência do fator de localização e rank mediano no valor do módulo de Weibull em materiais frágeis. In: 62^o CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS – ABM, Jul. 2007, Vitória, ES, Brasil, p. 1-10.

CARVALHO, I. H. (1996) *International Lignocellulosics-Plastics Composites*, P. 197-222.

CASSU, S. N.; FELISBERTI, M. I. (2005) *Comportamento Dinâmico – Mecânico e Relaxações em Polímeros e Blendas Polímeras*. Universidade Campinas, São Paulo.

CHAWLA, K. K. (1993) *Composite Materials. Science and Engineering*, Springer-Verlag, New York.

CHOU, T.W.R.L. MCCULLOUGH, and R.B. PIPES. (1986) "composites" Scientific American, vol 255, N0 4 october 1986, pp. 192-203.

COUTTS, R.S.P (1986). High yield woods pulps as reinforcement for cement products. *Appita*, 39, 1,1986.

CROCKER, J. (2008). Natural materials - Innovative natural composites. *Mater. Technol.*, v. 2-3 n. 3 p. 174-178.

D'ALMEIDA, J. R. M (2004). Desempenho de compósitos reforçados por fibras lignocelulósicas – situação atual e perspectivas. In: 59º CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE MATERIAIS E METALURGIA, São Paulo, 2004. *Anais*. São Paulo: ABM, 2004. p. 4760-4769.

D'ALMEIDA et al (2006). Efeito de tratamentos superficiais em fibras de piaçava sobre o comportamento dinâmico-mecânico de compósitos de matriz poliéster isoftálica. In: 17º CBECMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Foz do Iguaçu, 2006: *Anais*. p. 3582-3593.

D'ALMEIDA, J.R.M.; MONTEIRO, S.N (1998). The influence of the hardener/resin ratio on the impact behavior of an epoxy system. *J. Polym. Eng.* v. 18, p. 235-248, 1998.

D'ALMEIDA, J.R.M.; AQUINO, R.C.M.P.; MONTEIRO, S.N (2007). Dynamic mechanical behavior of piassava fibers (*Attalea funifera*) reinforced polyester composites. *Inter. J. Polym. Mater.* v. 56, p. 397-403, 2007.

DEUS, J.F.; MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M (2005). Effect of drying, molding pressure, and strain rate on the flexural mechanical behavior of piassava (*Attalea funifera* Mart) fiber-polyester composites. *Polymer Testing*, v. 24, n. 6, p. 750-755, 2005.

EICHHORN, S. J.; BAILLIE, C.A.; ZAFEIROPOULOS, N.; MWAKAMBO, L.Y.; ANSELL, M.P.; DUFRESNE, A. (2001) Review of current international research into cellulosic fibres and composites. *J. Mater. Science*, v. 36, p. 2107-2113, 2001.

Encyclopedia of Chemical Technology Kirk-Othmer, (1998) vol. 2, pp. 440.

FELIPE, R. C. T. S., (1997). Comportamento Mecânico e Fratura de Moldados em PRFV, Dissertação de mestrado, p. 109, UFRN, Natal-RN, Brasil.

FOLKES, M. J. (1982). Short fibre Reinforced Thermoplastics. John Willey & Sons, New York.

FREIRE, E. (1992) Caracterização e Análise Estrutural de Polipropileno Reforçados com fibra de vidro Através do Método de Elementos Finitos. Tese (Mestrado em Ciência e tecnologia de Polímeros), Rio de Janeiro – RJ, Instituto de Macromoléculas Professora Eloísa/Universidade do Rio de Janeiro-IMA/UFRJ, 1-27P.

FU, S.Y.; LAUKE, B.; MÄDER, E.; Hu, X.; YUE C.Y. (1999) Fracture Resistance of Short-Glass-Fiber-Reinforced and Short-Carbon-Fiber-Reinforced Poly-propylene under Charpy Impact Load and its Dependence on Processing. *J. Mater. Process. Technol.*, v. 89/90, p. 501-507, 1999

GABRIEL, D.; MAESTRE, J.P.; MARTÍN, L.; GAMISANS, X.; LAFUENTE, J.

(2007). Characterisation and performance of coconut fiber as packing material in the removal of ammonia in gas-phase biofilter. *Biosystems Engineering* v. 97, p. 481-490 Spain, 2007.

GASSAN, J. (2002) A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of the natural fibre composite. *Composite: Parte A*, applied science and manufacturing.

GAY, D. (1991). *Matériaux Composites*, Editions Hermes, Paris, France.

GIBSON, R. F. (1994). *Principles of Composite Materials Mechanics*. New York: McGraw- Hill, 1994.

HOLLAWAY, L. (1994). *Handbook of polymer Composite for Engineers*, Woodhead Publishing. Ltd. Cambridge.

HULL, D. (1987). "Materiales Compuestos", Editorial Reverté, S. A., Barcelona (1987).

HULL, D and W. Clyne. (1996). *An introduction to composite materials*, 2nd edition. Cambridge University Press. Cambridge.

JOHN, V. M. (1996) Pesquisa e desenvolvimento de mercado para resíduos. In: *Workshop reciclagem e reutilização de resíduos como materiais de construção civil*, São Paulo, Anais. São Paulo, Antac., p. 21-30.

JOSEPH, K. et. al. (1981) Influence of Interfacial Adhesion on the Mechanical Properties and Fracture Behaviour os Short Sisal Fibre Reinforced Polymer Composites. *Eur. Polym. J.*, v.32, n.10, p. 1243-1250.

JUNIOR, E. H. (1989) *Materiais compósitos – Engenharia de Materiais*, Campinas.

KAPUR, K.C.; LAMBERSON, L.R. (1977). *Reliability in Engineering Design*. Nova York: John Wiley & Sons, 1977.

KELLY, A., TYSON, W.R. (1965). *High Strength Materials*, Nova York, Wiley.

KRISTIINA O, Aji P. Mathew, Runar Långström, Birgitha Nyström, Kuruvilla Joseph. (2009). The influence of fibre microstructure on fibre breakage and mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene. *Composites Science and Technology*, 25 March 2009.

KOCHHAR G.S.; MANOHAR (1997). Use of Coconut Fiber as a Low-Cost Thermal Insulator. p 9 ,American Society for testing and Materials (ASTM): EUA, 1997.

LAVENGOOD, R.; SILVER, F. M. (1988). *Engineering Materials Handbook Engineering Plastic: Interpreting Sipplier Data Sheets*. Metals Park: ASM International; v.2 638-345p.

LEÃO, A.L., TAN, I.H., CRASCHI, J.C. (1998) "Curaua fiber – A tropical natural fibers from Amazon - Potential and Application in Composites", In: *International Conference on Advanced Composites*, pp. 557–564, Hurghada, Egito, 1998

LEÃO, A. L.; F.X., FROLLINI, E. (1997) Lignocellulose-Plastics Composites, plastic composite. USP & UNESP.

LUCAS, E. F.; SOARES, B. G; MONTEIRO E. E. C. (2001) Caracterização de Polímeros: Determinação de Peso Molecular. 1 ed. Rio de Janeiro. Ed: UFRJ.

LUBIN, G. (1969). Handbook of Fibers Glass and Advanced Plastics Composites, New York: Van Nostrand Reinhold Company, 1-13 p.

MCCONNELL, V. P. - Advanced Composites, 1, p. 32 (1990).

MACHADO, M.A.L., BIAGIOTTI, J.; KENNY, J.M. (2002). Comparative study of the effects of different fibres on the processing and properties of ternary composites based on PP-EPDM blends. Poly. Compos. v. 23, p. 779-789, 2002.

MALLICK, P. K., (1993) Fiber Reinforced Composites – Materials Manufacturing and Design, 2 edition.

MANO, E. B. (1998). Introdução a polímeros, pp. 51-70.

MAZUMDAR, Sanjay K. (2002). Composites manufacturing : materials, product, and process engineering, CRC Press, New York.

MEDINA, J. C. (1970). Plantas Fibrosas da Flora Mundial, Instituto Agrônomo de Campinas, SP, Brasil.

MENDONÇA, P. T. R (2005). Materiais compostos e estruturas sanduíches: projeto e análise, UFSC. Editora Manole Ltda., Barueri.

METERNS, R. R. (2002). Gravimetric of analyse-treated neutral detergent fiber in feeds with refluxing in beakers of crucibles: Collaborative study. Journal of ADAC international 85, 1217-1240.

MIRANDA, C. de.(2009). Caracterização de compósitos desenvolvidos a partir de resíduos plásticos (PET) reforçados com piaçava. (2009). In: 1º Congresso Internacional de Fibras Naturais. Bahia. Apresentação oral.

MOHANTY, A.K.; MISRA, M.; DRZAL, L.T. (2002). Sustainable biocomposites from renewable resources: Opportunities and challenges in the green materials world. J. Polym. Environ. v. 10, p. 19-26, 2002.

MOHANTY, S.; VERMA, S.K; NAYAK, S.K.(2006). Dynamic mechanical and thermal properties of MAPE treated jute/HDPE composites. Compos. Sci. Technol. v. 66, p. 538-547, 2006.

MONTEIRO (2009). Properties and Structure of Attalea funifera Piassava Fibers for Composite Reinforcement – A Critical Discussion. Journal of Natural Fibers, 6: 191-203, 2009.

MONTEIRO, S.N., NASCIMENTO, D.C.O, MOTTA, L. C. (2009). EFFECT OF PIASSAVA WASTE FIBER SURFACE TREATMENT ON THE REINFORCEMENT STRENGTH IN EPOXY COMPOSITES, Symposium REWAS: Characterization of Minerals, Metals, and Materials. P.1-10. São Francisco. 2009 <http://cmsplus.tms.org>.

MONTEIRO, S. N. LOPES, F. P. D. (2006) Ensaios de Impacto em Compósitos poliméricos reforçados com fibras de curauá. In: 61º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 24-27 de julho de 2006, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

MONTEIRO, S. N.; RANGEL, J. J. (2006). Efeito de Micromorfologia das fibras de Curauá como reforço em compósitos d e matriz polimérica. In: 61º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 24-27 de julho de 2006, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

MONTEIRO S. N; D ALMEIDA, J. R. M.; (2006) Ensaios de Pullout em Fibras Lignocelulósicas: Uma Metodologia de análise. V11, N3. PP. 189-196.

MONTEIRO, S.N.; AQUINO, R.C.M.P.; LOPES, F.P.D.; D'ALMEIDA, J.R.M. (2006). Tenacidade ao entalhe por impacto Charpy de compósitos de poliéster reforçados com fibras de piaçava. Rev. Mater. v. 11, n. 3, p. 204-210, 2006.

MONTEIRO, S.N.; DE DEUS, J.F.; AQUINO, R.C.M.P.; D'ALMEIDA, J.R.M. (2006). 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, 2006.

MONTEIRO, S. N., AQUINO, R. C. P., NASCIMENTO, Denise C. O, MOTTA, L. C.(2009). CHARACTERIZATION OF THE TOUGHNESS OF PIASSAVA FIBER REINFORCED EPOXY MATRIX BY IZOD IMPACT TEST. Symposium TMS: Characterization of Minerals, Metals, and Materials. P.69-74. USA. 2009 <http://cmsplus.tms.org>.

MONTEIRO, S.N.; SANCHÉZ, R.J.; LOPES, F.P.D.; MENEZES, G.W. (2007). Avaliação de DMA de compósitos de matriz poliéster incorporada com fibras de coco. In: 62º CONGRESSO ANUAL DA ABM, 2007, Vitória, ES. p. 852-860.

MOROZOV, Eugeni; VAZILIEV, Valery. (1989). Mechanics and Analysis of Composite Materials. Elsevier.

MOTTA, L.C.; OLIVEIRA, D.C.N.; MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D.; COSTA, L.L. (2008). Comportamento mecânico de compósitos com matriz epóxi reforçada com fibra de piaçava. In: 63º CONGRESSO ANUAL DO CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS – ABM, Jul. 2008, Santos, Brasil, p. 1-10.

MOTTA, L. da C., NASCIMENTO, D. C. de O, MONTEIRO, S. N., LOPES, F. P. D., COSTA, L. L. da. (2008). COMPORTAMENTO MECÂNICO DE COMPÓSITOS COM MATRIZ POLIÉSTER REFORÇADA COM FIBRA DE PIAÇAVA. In: 63º CONGRESSO ANUAL DO CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS – ABM, Jul. 2008, Santos, Brasil, p. 1-10.

MOTTA, L.C.; OLIVEIRA, D.C.N.; MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D.; COSTA, L.L. (2009) Determinação da Resistência Interfacial através de Ensaios de Pullout de Fibras de Piaçava Embutidas em Resina Poliéster. 64º Congresso Anual do Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 13 a 17 de julho de 2009 – Belo Horizonte – MG. p. 1-10.

NASCIMENTO, D. C. de O, MONTEIRO, S. N. M, MOTTA, L. da C. , Aquino, R.C.M.P. (2008) Determinação da Resistência Interfacial através de Ensaio de Pullout de Fibras de Piaçava Embutidas em Resina epóxi. In: 18º CBECIMAT - CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, Porto de Galinhas, PE, Brasil, 2008, p. 1-12.

NASCIMENTO, D. C. de O., MOTTA, L. da C., MONTEIRO, S. N (2009). Resistência ao Impacto Charpy de Compósitos de matriz epóxi reforçada com fibras de piaçava. In: 18º CBECIMAT - CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, Porto de Galinhas, PE, Brasil, 2008, p. 1-12.

NASCIMENTO, D. C. de O. et al. (2009). COMPORTAMENTO DINÂMICO MEDIDO POR ENSAIOS DE DMA DE COMPÓSITOS DE FIBRAS DE PIAÇAVA REFORÇANDO MATRIZ DE RESINA EPOXI: 64º Congresso Anual do Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 13 a 17 de julho de 2009 – Belo Horizonte – MG. p. 1-10

NETO, F. L.; PARDINI, L. C. (2006). Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia. Ed. São Paulo: Edgar Blucher.

PADILHA, N. F. (2000) Materiais de Engenharia: microestrutura e propriedade. Curitiba: Hemuns livraria, distribuidora e editora S.A.

PASSOS, P. R. A. (2005) Destinação sustentável de cascas de coco (cocos nucifera) verde: obtenção de telhas e chapas de partículas. Tese (Doutorado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

RAND, B. (1989). High performance carbon materials. HIPERMAT Conference on high materials, London, Sept, 1989.

SANTOS, M.S. (2002) Propriedades Térmicas e mecânicas de materiais reciclados à base de PET pós-consumo e cargas de coco. Tese de mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, 185 p.

SANTAFE JR., H.P.G.; COSTA, L.L.; MONTEIRO, S.N. (2008) Análise de DMA de compósitos de epoxídicos reforçados com fibras de coco. In: 63º CONGRESSO ANUAL DA ABM, 2008, Santos, SP, p. 922-929.

SANTOS, Alexandre Maneira. (2006) Estudo de compósitos Híbridos Polipropileno/fibras de vidro e coco para aplicações em Engenharia. Dissertação de Engenharia, Programa de Pós- Graduação em Engenharia Mecânica, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

SANTOS, P. A.; GIRIOLI, J. C.(2008). USO DE FIBRAS VEGETAIS COMO AGENTE DE REFORÇO PARA TERMOPLÁSTICOS,SPE Brasil – Society of Plastics Engineers - Newsletter - Agosto de 2008.

SANTOS, R.S.; SILVEIRA, E.L.C.; SOUZA C.M.L. (2007). Study of the mechanical properties of thermoset polymeric matrix composites reinforced with buriti fibers, In: 30th ANNUAL MEETING OF THE BRAZILIAN CHEMISTRY SOCIETY,

Proceedings, Aguas de Lindoia, SP, Brasil, 2007, p. 1.

SAVASTANO Jr., H. LUZ, PHC. NOLASCO, A.M. (1997). Seleção de Resíduos de alguns tipos de fibras vegetal, para reforço de componentes de construção. In: Encontro Nacional Sobre Edificações e Comunidades Sustentáveis, 1. Canela, nov Anais. Porto Alegre, Antac. P107-12.

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, 2007, p. 1694-1709.

SCHWARTZ. M. M. (1992). Composite Materials Handbook, 2nd edition, McGraw-Hill Book Company, New York, 1992.

SHACKELFORD, J. F. (2008). Introdução à ciência dos materiais para engenheiros. Tradução Daniel Vieira; revisão técnica Nilson C.Cruz. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008.

SHELDON, R. P. (1997). Composite polymeric materials, Applied Science Publishers, London.

SCHUH, T. G.(2006). Renewable materials for automotive applications. Disponível em: <http://www.ienica.net/fibresseminar/schuh.pdf>. Acesso em: 20 de julho de 2006.

SILVA, J.L.G (1991) estudo do comportamento das fibras de carbono do tipo I e do Tipo II em simples e Tração em Nó. Tese (Mestrado em Materiais, Processos e Dinâmica de sistemas), São José dos Campos-SP, Instituto Tecnológico da Aeronáutica-IT, 1-4P.

SILVA, R. V (2003). Compósito de resina poliuretana derivada de óleo de mamona e fibras vegetais. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

SOSA GRIFFIN, M. (1994). Utilización de materiais primas vegetais para la producción de materiales de construcción: analisis critico. Caracas, p.11, Trabajo especial . Faculd de Arquitectura y Urbanismo, Universidad Central de venezuela.

STRONG, A. B. (1989) Fundamental of composite: Materials. Methods, and applications, Society of Manufacturing Engineeres, Dearbons, ML, 1989.

SUDDLELL, B. C., EVANS, W. J., ISAAC, D. H., CROSKY, A. (2002). A survey into the application of natural fibre composites in the automotive industry. Natural Polymers and Composites, 4, 2002, São Paulo. Anais...São Paulo, 2002. p. 455-460.

SPINACE, M. A. S; LAMBERT, C. S.; FERMOSELLI, K. K. G.; PAOLI, M. (2009). Characterization of lignocellulosic curaua .Carbohydrate Polymers, 1-7.

TANAKA, K.; MINOSHIMA, K.; GRELA, W.; KOMAI, K. (2002). 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.

TORREIRA, R. P. (1989) FLUIDOS TÉRMICOS. SÃO PAULO. ED HEMUS LTDA.

285 P.

TOMCZAK, F.; SATYANARAYANA, K.G.; SYDENSTRICKER, T.H.D. (2007) Studies on lignocellulosic fibers of Brazil: Part III – Morphology and properties of Brazilian curaua fibers. *Composites: Part A*. v. 38, p. 2227-2236, 2007.

TRINDADE, W. G; HOAREAU, MEGIATTO, J.D; RAZERA, A; CASTELLAN, A.; FROLLINI, E.(2005).Thermoset Phenolic Matrices Reinforced with Unmodified and Surface-Grafted Furfuryl Alcohol Sugar Cane Bagasse and Curaua Fibers: Properties of Fibers and Composites, *Biomacromules*, 2005.

VAN VLACK, Lawrence Hall (1984). *Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais*. Tradução Edson Monteiro. Rio de Janeiro: Elsevier, 1984.

WAMBUA P.; IVENS I.; VERPOEST I. (2003). Natural fibers: can they replace glass and fibre reinforced plastics?" *Composites Science and Technology*, v. 63, p. 1259-1264, 2003.

WEETON, J. W. (1986) .*Engineers Guide to Composite Materials*, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1986.

YUE, C.Y.; CHEUNG, W.L. (1992) Interfacial properties of fibrous composites: Part I. Model for the debonding and pullout processes. *Journal of Materials Science*, v. 27, p. 3173-3180, 1992.

YOUNG, R. A. (1997). *Utilization of Natural Fibers: Characterization, Modification and Applications*. Madison, USA.

ZAFEIROPOLUS, N.E; DIJON, G.G.; BAILLIE, C.A. (2007). A study of the effect of surface treatments on the tensile strength of flax fibres: Part I Application of gaussian statisitc. *Composites. Part A : Aplied Science and manufacturing*.

ZAH. R.; HISCHIER, R.; LEÃO, A. L.; BRAUM, I. (2007). Curauá fibers in the automobile industry – a sustainability assessment. *J. Cleaner Production* v. 15, p. 1032-1040, 2007.