

EFEITO DA INCORPORAÇÃO DE FIBRAS DE COCO NO COMPORTAMENTO DINÂMICO-MECÂNICO DE COMPÓSITOS COM MATRIZ POLIÉSTER

Sergio Neves Monteiro ¹Rubén Jesus Sanchez Rodriguez ²Felipe Perissé Duarte Lopes ³Bluma Guenther Soares ⁴

Resumo

Realizou-se um estudo da variação com a temperatura dos parâmetros dinâmico-mecânicos de compósitos com matriz poliéster incorporada com fibras de coco. Diferentes percentagens em peso de fibras de coco, até 40%, foram misturadas com resina poliéster ortoftálica e, após prensagem, curada por 24 horas à temperatura ambiente. Ensaio dinâmico-mecânico (DMA) foram realizados para se obter os módulos de armazenamento e perda, bem como a tangente delta para cada tipo de compósito com diferentes quantidades de fibra de coco. Os resultados desses parâmetros revelam que a incorporação de fibra de coco diminui a rigidez viscoelástica do compósito com matriz poliéster. Esta redução na rigidez está associada à baixa tensão interfacial, o que dificulta a transferência de esforços mecânicos da matriz para a fibra. Ocorrem também modificações na temperatura de transição vítrea e no pico α de relaxação com a incorporação de fibras de coco. Em particular, o amortecimento do compósito que está relacionado ao valor da tangente delta, diminui a quantidade de fibra incorporada pelo fato de somente parte da tensão aplicada deformar a interface fibra/matriz.

Palavras-chave: Fibra vegetal; Compósitos; Matriz poliéster; Comportamento; Temperatura de transição.

EFFECT OF COIR FIBER INCORPORATION IN DYNAMIC MECHANIC BEHAVIOR OF POLYESTER- MATRIX COMPOSITES

Abstract

A study on the temperature variation of the dynamic-mechanical parameters of polyester matrix composites incorporated with continuous coir fibers was carried out. Different weight percentages, up to 40 wt.% of coir fibers, were mixed with orthophthalic polyester resin and, after press-molding, cured for 24 hours at room temperature. Dynamic-mechanical, DMA, tests were conducted to obtain the storage modulus and the loss modulus as well as the tangent delta for each type of composite with different amounts of coir fibers. The DMA results revealed that the incorporation of coir fiber decreases the viscoelastic stiffness of the composite with polyester matrix. This reduction in stiffness is associated with a low interfacial shear stress, which makes it difficult for the mechanical load transfer from the matrix to the fiber. Modifications in the glass transition temperature and in the α relaxation peak also occurred with the amount of incorporated coir fiber. In particular, the damping response of the composite, associated with the value of the tangent delta, decreases with the amount of incorporated fiber owing to the fact that only part of the applied stress was used to deform the fiber/matrix interface.

Key words: Coir fiber; Polyester composites; Dynamic-mechanical behavior; Glass transition temperature.

1 INTRODUÇÃO

Compósitos poliméricos reforçados com fibras extraídas da casca do coco apresentam vantagens específicas sobre outros compósitos tais como o baixo custo e maleabilidade.⁽¹⁻⁵⁾ Estas vantagens tornaram estes compósitos de fibra de coco os mais

apropriados para certos usos industriais como mantas para proteção de solo e estofamento de automóveis.^(6,7) Por outro lado, o uso destes compósitos exige diferentes solicitações mecânicas que podem abranger condições estáticas,

¹Membro da ABM, PhD, Eng. Metalúrgico, Prof. Titular do Lab. de Materiais Avançados, LAMAV, Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense, CCT/UENF, Av. Alberto Lamego, 2000- 28015-620 - Campos dos Goytacazes, RJ. sergio.neves@ig.com.br

²Membro da ABM, D.Sc., Engenheiro Químico, Prof. Titular do Laboratório de Materiais Avançados, LAMAV, Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense, CCT/UENF, Av. Alberto Lamego, 2000 - 28015-620 - Campos dos Goytacazes, RJ. sanchez@uenf.br

³Membro da ABM, Graduando do LAMAV, Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense, CCT/UENF, Av. Alberto Lamego, 2000 - 28015-620 - Campos dos Goytacazes, RJ. felipeperisse@pop.com.br

⁴D.Sc., Químico, Prof. Titular do Instituto de Macromoléculas, IMA, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Centro de Tecnologia, Bloco J, Ilha do Fundão - 21945-970 - Rio de Janeiro, RJ. bluma@ima.ufrj.br

quase-estáticas e dinâmicas. O comportamento mecânico em condições quase-estáticas, através de ensaios de flexão, foi objeto de outras publicações.⁽⁸⁻¹²⁾ Constatou-se que as fibras de coco não contribuem de maneira apreciável como reforço de compósitos com matriz poliéster. Entretanto, a resistência mecânica destes compósitos é suficientemente elevada para permitir sua utilização como elementos não estruturais para a construção civil na forma de painéis de vedação e forros.⁽¹³⁾ A dificuldade da fibra de coco em reforçar o compósito foi atribuída⁽¹⁰⁾ ao seu baixo módulo de elasticidade em confronto com o da pura resina poliéster. Além disto, a fibra de coco também apresenta uma baixa tensão interfacial com a matriz de poliéster, o que reduz a resistência mecânica quase-estática do compósito.⁽¹²⁾

Investigações sobre o comportamento mecânico em condições dinâmicas de compósitos poliméricos reforçados com fibras de coco não foram até o momento desenvolvidas. A técnica de avaliação dinâmico-mecânica, sobretudo com variação da temperatura, vem sendo utilizada para a determinação de propriedades de compósitos reforçados com fibras naturais.^(14,15) Esta técnica, conhecida pela sigla inglesa DMA (*dynamic mechanical analysis*), permite avaliar o comportamento viscoelástico bem como determinar a região de transição vítrea de compósitos poliméricos. Os parâmetros avaliados nesta técnica são: módulo de armazenamento, E' , módulo de perda, E'' , e a tangente delta, $\tan \delta$. Estes parâmetros servem como indicadores para o nível de interação dinâmica entre a matriz polimérica e a fibra incorporada como reforço. Muitos estudos de DMA já foram realizados em compósitos poliméricos reforçados com fibras sintéticas,⁽¹⁶⁻¹⁸⁾ para mencionar alguns. Por outro lado, existem relativamente poucos trabalhos sobre DMA em compósitos poliméricos com fibras naturais,^(14,15,19-21) nenhum investigando fibras de coco.

Assim, o objetivo do presente trabalho foi realizar um estudo exploratório e preliminar da variação com a temperatura dos parâmetros dinâmico-mecânicos de compósitos com matriz poliéster incorporada com fibras de coco.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Fibras extraídas da casca de coco foram adquiridas na forma de grandes mechas emaranhadas e submetidas a simples limpeza e secagem na temperatura ambiente. Destas mechas, fibras foram individualmente separadas e tiveram suas características investigadas conforme reportado em outra publicação.⁽¹²⁾

Para a confecção dos corpos de prova compósitos, iniciou-se com a colocação de até 40% em peso de fibras de coco alinhadas em um molde retangular de 57 mm x 13 mm. Em seguida, verteu-se a resina poliéster ortoftálica insaturada, ainda líquida, juntamente com o endurecedor, dentro do molde. O conjunto foi então submetido a uma pressão de $1,3 \times 10^4$ Pa para melhor infiltrar a resina por entre as fibras. Estes corpos de prova com 3 mm de espessura assim confeccionados (Figura 1) foram curados à temperatura ambiente por pelo menos 24 horas e então submetidos a ensaios

de DMA, no modo de flexão em três pontos em um equipamento da TA Instruments (Figura 2), modelo DMA-298, operando na frequência de 1 Hz, fluxo de nitrogênio e taxa de aquecimento de 3°C/min, pertencente ao IMA/UFRJ.



Figura 1. Corpos de prova dos compósitos incorporados com fibras de coco.

Curvas da variação de E' , E'' e $\tan \delta$ com a temperatura foram simultaneamente registradas entre -100°C e 180°C para cada corpo de prova. Além disso, duas seqüências de ensaios foram realizadas no mesmo corpo de prova.



Figura 2. Equipamento da TA Instruments utilizado nos ensaios de DMA.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 3 ilustra o conjunto de curvas dos parâmetros dinâmico-mecânicos obtidos em função da temperatura para a resina poliéster pura. A Figura 4 ilustra as mesmas curvas para o compósito com 40% de fibra de coco.

Através das curvas das Figuras 3 e 4, bem como de curvas similares obtidas para os outros conjuntos de corpos de prova com diferentes percentuais de incorporação de fibras, foi possível identificar picos associados à temperatura de transição vítrea, T_g , do material. Estes picos de temperatura, indicados em cada uma das curvas, são estimativas visuais e dão uma idéia do grande

intervalo de variação da Tg. No presente estudo, este aspecto do comportamento dos compósitos mostra que o valor máximo da Tg, identificado no pico da $\tan \delta$, diminui ligeiramente com a incorporação da fibra de coco. A justificativa para este fato está relacionada com a interação entre as fibras e as cadeias poliméricas reduzindo a capacidade do poliéster de cristalizar-se.⁽²²⁾

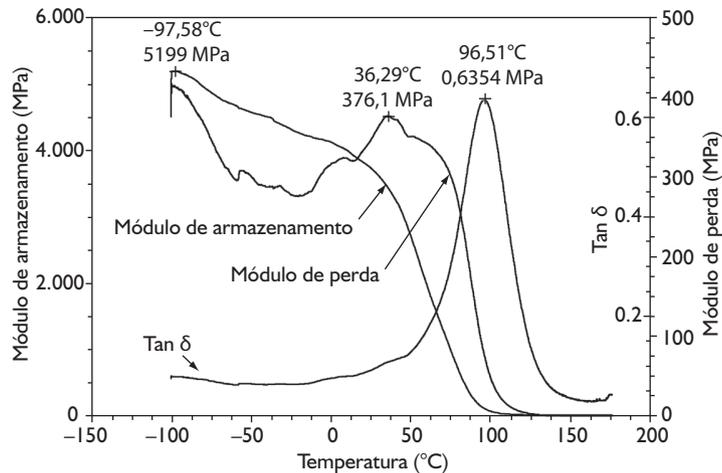


Figura 3. Variação dos parâmetros dinâmico-mecânicos com a temperatura para a resina poliéster pura.

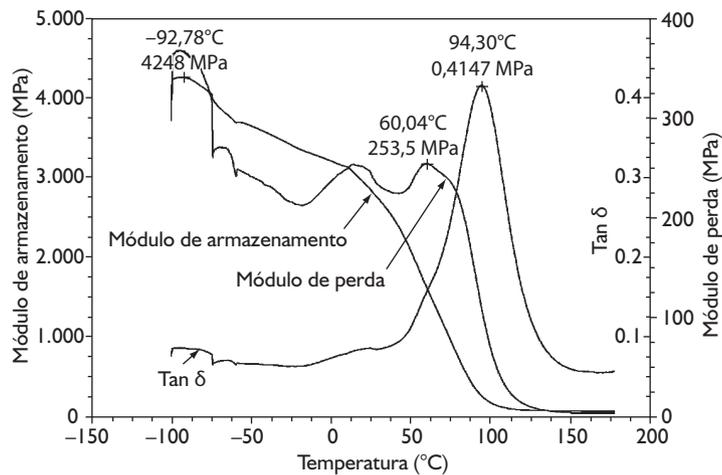


Figura 4. Variação dos parâmetros dinâmico-mecânicos com a temperatura para o compósito com 40% de fibra de coco.

A Figura 5 apresenta a variação do módulo de armazenamento, E' , com a temperatura para os compósitos estudados. O valor de E' está diretamente relacionado com a capacidade de o material suportar cargas mecânicas com deformação recuperável, sendo análogo ao módulo de flexão.⁽¹⁵⁾ Como observado na Figura 5, ocorre um significativo decréscimo no valor de E' com a incorporação de fibra de coco até cerca de 80°C, quando então todos os compósitos sofrem considerável amolecimento térmico. Isto é devido, provavelmente, à diminuição da rigidez da matriz poliéster quando se acrescenta a fibra de coco. Como já mencionado, a fibra de coco apresenta não só uma rigidez inferior, mas também baixa

tensão interfacial com a matriz poliéster,^(10,18) o que acarreta menor grau de transferência de esforços da matriz para a fibra através da interface. Ou seja, a introdução de fibra de coco tende a reduzir tanto o módulo de elasticidade quanto a resistência mecânica da matriz poliéster.⁽¹⁸⁾ No caso de outros compósitos,^(15,23) ao contrário dos resultados apresentados na Figura 5, a incorporação de fibras naturais tende a aumentar a rigidez da matriz.

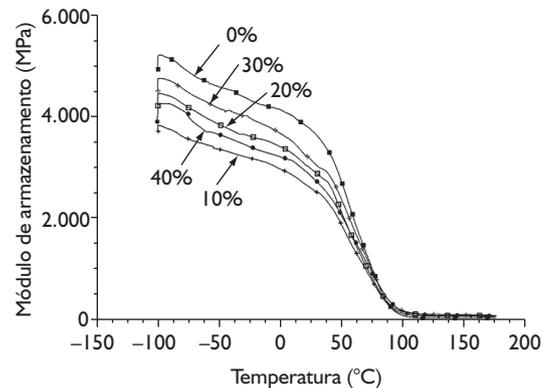


Figura 5. Variação do módulo de armazenamento, E' , com a temperatura para os compósitos de fibra de coco.

A Figura 6 mostra a variação do módulo de perda, E'' , com a temperatura para os compósitos estudados. De um modo geral, cada uma das curvas de E'' mostra um primeiro pico de temperatura pouco abaixo de -100°C que está associado ao conhecido pico γ de relaxação.⁽¹⁵⁾ O pico γ corresponde à transição vítrea do polímero que constitui a matriz, no caso, resina poliéster. Um segundo pico ocorre a 40°C para o poliéster puro e por volta de 60°C para os compósitos de fibra de coco. Este segundo pico pode ser identificado como o conhecido pico α de relaxação do compósito. Esta relaxação é atribuída à mobilidade das cadeias na fase cristalina do polímero da matriz, provavelmente devido à reorientação das áreas de defeito.⁽¹⁵⁾ O desvio do pico α para maiores temperaturas, no caso, de 40°C para 60°C, com a incorporação de fibra de coco, pode ser consequência da redução da flexibilidade do compósito causada pela interação das fibras de coco com as cadeias poliméricas.⁽²⁴⁾

Em relação aos resultados apresentados pelas curvas do módulo de armazenamento, Figura 5, e do módulo de perda, Figura 6, é importante observar que os menores valores de E' e E'' estão associados aos compósitos com 10% de fibras de coco. Isto indica que mesmo em quantidade relativamente pequena, a fibra de coco contribui significativamente para diminuir

a rigidez viscoelástica da matriz poliéster do compósito. O baixo módulo de elasticidade da fibra de coco, em comparação com a resina poliéster ⁽¹⁰⁾ seria a principal razão para este resultado. Por outro lado, maiores frações de fibra de coco, como 30% nas Figuras 5 e 6, apresentam E' e E'' superiores a 10%. Neste caso, a maior quantidade de fibras propicia maior interação com as cadeias poliméricas,⁽²⁴⁾ o que diminui a mobilidade e tende a ampliar a rigidez do compósito. O fato do compósito com 40% de fibra apresentar valores de E' e E'' inferiores ao compósito com 30% de fibra não pode ser interpretado como anomalia. A diminuição relativa dos módulos (Figuras 5 e 6), para o compósito com 40% de fibra é conseqüência da dificuldade de a resina poliéster ainda líquida impregnar uma quantidade muito elevada de fibra, durante a fabricação do corpo de prova.⁽¹²⁾

A Figura 7 apresenta a variação da $\tan \delta$ com a temperatura para os compósitos estudados.

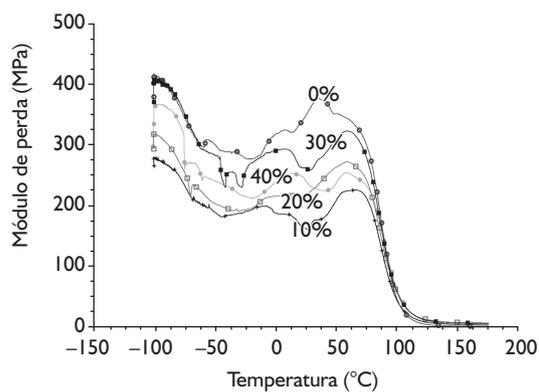


Figura 6. Variação do módulo de perda, E'', com a temperatura para os compósitos com fibras de coco.

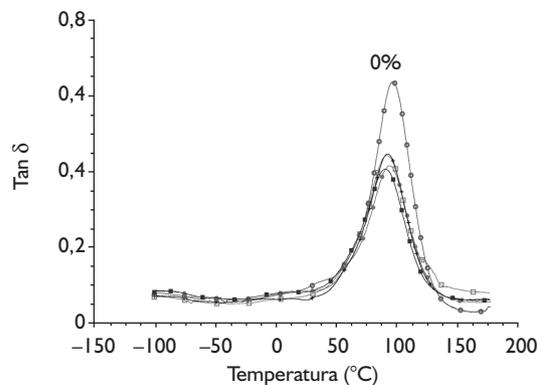


Figura 7. Variação da $\tan \delta$ com a temperatura para compósitos com fibras de coco.

Vale lembrar que a $\tan \delta$ representa o fator de perda mecânica que se traduz na capacidade de amortecimento do material. Este amortecimento está associado ao equilíbrio entre a fase elástica e a fase viscosa em uma estrutura polimérica, no caso a matriz dos compósitos. Observa-se na Figura 7 que os compósitos com fibras de coco apresentam amplitudes similares dos seus picos $\tan \delta$, com máximos bem abaixo daquele correspondente ao poliéster. Isto é devido ao fato das fibras de coco suportarem parcialmente a tensão aplicada sobre o compósito e permitirem que somente parte desta tensão possa deformar a interface fibra/matriz. Assim, a dissipação de energia fica restrita à matriz e à interface, sendo que, quanto mais resistente for a interface, menor a dissipação de energia.⁽²⁵⁾

4 CONCLUSÕES

- Ensaios de DMA mostraram um ligeiro decréscimo no valor da máxima temperatura de transição vítrea da matriz com a incorporação da fibra o que foi atribuído à sua interação com as cadeias poliméricas.
- A fibra de coco reduz os módulos E' e E'' devido à dificuldade de transferência de esforços da matriz para as fibras, em conseqüência da baixa tensão interfacial.
- O amortecimento traduzido pelo valor da $\tan \delta$ diminui com a adição da fibra de coco à matriz poliéster, possivelmente pelo fato de que somente parte da tensão aplicada possa deformar a interface fibra/matriz.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERJ, CNPq, Capes e FENORTE/TECNORTE.

REFERÊNCIAS

- 1 SATYANARAYANA, K.; PILLAI, C.K.S.; SUKUMARAN, K.; PILLAI, S.C.K.; ROHATGI, P. K.; VIJAYAN, K. J. Structure property studies of fibres from various parts of the coconut tree. **Journal of Materials Science**, v. 17, n. 8, p. 2453-62, Ago. 1982.
- 2 VENKATASWAMY, K.G.; PILLAI, C.K.S.; PRASAD, V.S.; SATYANARAYANA, K.G. Effect of weathering on the mechanical properties of midribs of coconut leaves. **Journal of Materials Science**, v. 22, n. 9, p. 3167-73, Sept. 1987.
- 3 CALADO, V.; BARRETO, D.W.; D'ALMEIDA, J.R.M. The effect of chemical treatment on the structure and morphology of coir fibers. **Journal of Materials Science Letters**, v. 19, n. 23, p. 2151-4, Dec. 2000.

- 4 ROUT, J.; MISRA, M.; TRIPATHY, S.S.; NAYAK, S.K.; MOHANTY, A.K. The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites. **Composites Science and Technology**, v. 61, n. 9, p. 1303-10, Jul. 2001.
- 5 SATYANARAYANA, K.G.; GUIMARÃES, J.L.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications. **Composites: Part A**, v. 38, n. 7, p. 1694-1709, Jul. 2007.
- 6 SCHUH, T.G.; CAYER, U. **Lignocellulosic: plastic composites**. Botucatu: USP/UNESP, 1997.
- 7 MERCEDES-BENZ. Meio ambiente: projeto Poema: ecologia. Disponível em <<http://200.245.129.61/>>. Acesso em: 3 nov. 2008.
- 8 HILL, C.A.S.; KHALIL, H.P.S.A. The effect of environmental exposure upon the mechanical properties of coir or palm fiber reinforced composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 77, n. 6, p. 1322-30, Jun. 2000.
- 9 ROUT, J.; TRIPATHY, S.S.; MISHRA, M.; MOHANTY, A.K.; NAYAK, S.K. The influence of fibre surface modification on the mechanical properties of coir-polyester composites. **Polymer Composites**, v. 22, n. 4, p. 468-72, Apr. 2001.
- 10 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; LOPES, F.P.D.; D'ALMEIDA, J.R.M., Structural characteristics and properties of coir fiber wastes reinforced polymeric composites, In: INTERNATIONAL CONGRESS ON MATERIALS, 3., 2005, Cartagena, Colombia. Medellín: Universidad de Antioquia, 2005, p. 1-6.
- 11 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; LOPES, F.P.D.; D'ALMEIDA, J.R.M., Mechanical strength of polyester matrix composites reinforced with coconut fiber wastes. **Revista Matéria**, v. 10, n. 4, p. 571-6, Oct. 2005.
- 12 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; CARVALHO, E.A.; D'ALMEIDA, J.R.M. Efeito da interface fibra/matriz sobre a resistência de compósitos poliméricos reforçados com fibras de coco, **Revista Matéria**, v. 11, n. 4, p. 395-402, Oct. 2006.
- 13 MONTEIRO, S.N.; TERRONES, L.A.H.; D'ALMEIDA, J.R.M.; OLIVEIRA, L.B.. Aplicações tecnológicas para compósitos poliméricos de mantas de fibra de coco. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 60., 2005, Belo Horizonte. **Anais...** São Paulo: ABM, 2005. p. 1540-8.
- 14 RAY, D.; SARKAR, B.K.; DAS, S.; RANA, A.K. Dynamic mechanical and thermo analysis of vinylester - resin - matrix composites reinforced with untreated and alkali-treated jute fibres. **Composites Science and Technology**, v. 62, n. 7-8, p. 911-7, Jun. 2002.
- 15 MOHANTY, S.; VERMA, S.K.; NAYAK, S.K. Dynamic mechanical and thermal properties of MAPE treated jute/HDPE composites. **Composites Science and Technology**, v. 66, n. 3-4, p. 538-47, Mar. 2006.
- 16 KUBAT, J.; RIODAHL, M.; WELANDER, M. Characterization of interfacial interactions in high density polyethylene filled with glass spheres using dynamic mechanical analysis. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 39, n. 7, p. 1527-39, Apr. 1990.
- 17 BIKIARIS, D.; MATZINOS, P.; PRINOS, J.; FLARIS, V.; LARENA, A.; PANAYIOTOU, C. Use of silanes and copolymers as adhesion promoters in glass fibre/polyethylene composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 80, n. 14, p. 2877-8, Jun. 2001.
- 18 VAJRASTHIRA, C.; AMORNSAKCHAI, T.; LIMCHAROEN, B. Fibre-matrix interaction in aramid short fibre reinforced thermoplastic composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 87, n. 7, p. 1059-67, Feb. 2003.
- 19 JOSEPH, S.; SREEKALA, M.S.; THOMAS, S. Viscoelastic properties of oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites. **International Journal of Plastic Technology**, v. 5, n. 1, p. 28-35, Jan. 2002.
- 20 AURICH, T.; MENNIG, G. Characterization of injection moulded flax reinforced polypropylene. **International Journal of Plastic Technology**, v. 5, n. 1, p. 9-14, Jan. 2002.
- 21 MOHANTY, S.; VERMA, S.K.; NAYAK, S.K.; TRIPATHY, S.S. Influence of fiber treatment on the performance of sisal-polypropylene composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 94, n. 3, p. 1336-45, Nov. 2004.
- 22 RANA, A.K.; MITRA, B.C.; BANERJEE, A.N. Short jute fibre-reinforced polypropylene composites: dynamic mechanical study. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 71, n. 4, p. 5331-9, Jan. 1999.
- 23 GEORGE, J.; BHAGAWAN, S.S.; THOMAS, S. Thermogravimetric and dynamic mechanical thermal analysis of pineapple fibre reinforced polyethylene composites. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 47, n. 4, p. 1121-40, Oct. 1996.
- 24 MACHADO, M.A.L., BIAGIOTTI, J.; KENNY, J.M. Comparative study of the effects of different fibres on the processing and properties of ternary composites based on PP-EPDM blends. **Polymer Composites**, v. 23, n. 5, p. 779-89, Oct. 2002.
- 25 FELIX, J.M.; GATENHOLM, P. The nature of adhesion in composites of modified cellulose fibre and polypropylene. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 42, n.3, p. 601-20, Feb. 1991.

Recebido em: 14/08/08

Aceito em: 03/11/08

Proveniente de: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 62., 2007, Vitória, ES. São Paulo: ABM, 2007.