

15º Congresso Brasileiro de Polímeros
27 a 31 de outubro de 2019

ESTUDO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA EM COMPÓSITOS EPÓXI REFORÇADOS COM FIBRA DE SISAL CONTÍNUA

Daniele Rubiu^{1*}, Caio H. Pinheiro¹ e Maria L.C.P da Silva¹

1 - Departamento de Engenharia Química (DEQUI), Universidade de São Paulo (USP), Lorena, SP
daniele.rubiu@usp.br

Resumo: O estudo de compósitos gerados a partir de reforços de fibra natural tem aumentado consideravelmente nos últimos anos devido a um aumento da consciência ambiental. Fibras naturais possuem vantagens do ponto de vista ambiental mais atrativas que as sintéticas, comumente utilizadas. Entretanto as fibras naturais apresentam problemas em relação a absorção de água a qual pode propiciar sua decomposição afetando as propriedades finais dos compósitos. Estudos sobre a eficácia de tratamentos de superfícies como acetilação e produção de híbrido (incorporação de óxido de alumínio hidratado) são de grande relevância, nesse contexto. O experimento de absorção de água foi realizado a temperatura ambiente onde os compósitos cujas fibras sofreram acetilação e modificação com $Al_2O_3 \cdot nH_2O$ absorvendo 22% a menos de água. O teste de desidratação em estufa a temperatura de 60 °C confirmou o teste de absorção. Os resultados de MEV apontam descolamento entre a matriz e a fibra na ordem CFNC > CHC > CFAC.

Palavras-chave: Absorção de água, compósitos, híbridos, epóxi, fibra de sisal.

Study of water absorption in epoxy composites reinforced with continuous sisal fibers

Abstract: The study of composites generated from natural fiber reinforcements has increased considerably in recent years due to an increase in environmental awareness. Natural fibers have environmental advantages that are more attractive than synthetic ones, commonly used. However, the natural fibers present problems in relation to water absorption, which can lead to its decomposition affecting the final properties of the composites. Studies on the efficacy of surface treatments such as acetylation and hybrid production (incorporation of hydrated aluminum oxide) are of great relevance in this context. The water absorption experiment was carried out at room temperature where the composites whose fibers were acetylated and modified with $Al_2O_3 \cdot nH_2O$ absorbing 22% less water. The greenhouse dehydration test at 60 °C confirmed the absorption test. The SEM results indicate a detachment between the matrix and the fiber in the order CFNC > CHC > CFAC.

Keywords: *Water absorption, composites, hybrid, epoxy, sisal fiber.*

Introdução

Atualmente existe uma alta procura de materiais que ofereçam simplicidade na produção, baixo custo e elevado padrão de qualidade. Associado a isso, o aumento da preocupação ambiental com resíduos e ciclos de vida de produtos manufaturados, a utilização de materiais puramente sintéticos em matrizes bem como em reforços está diminuindo em várias áreas da engenharia [1]. Logo, as indústrias e a pesquisa acadêmica vem direcionando suas atenções aos biomateriais, dentre eles à fibra natural (FN) [2]. O uso de FN como reforço tem apresentado vantagens em relação a fibra sintética. Porém, necessitam de modificações nas superfícies das FN para aumentar a adesão na interface fibra/matriz polimérica [3,4].

Entre as FN, a fibra de sisal (*Agave sisalana*) é excessivamente hidrofílica, logo quando usada em um polímero hidrofóbico, os tratamentos de superfícies tornam-se necessários para melhorar a adesão interfacial dentre outras propriedades [5]. Os tratamentos de superfície variam de alcalinização, benzoilação, acetilação, silanização até polimerização por enxertia [1,3,4]. O Brasil é

o maior produtor de sisal do mundo e sua produção é destinada exclusivamente a fabricação de têxteis, tapetes e cordas, portanto novas aplicações e com viés tecnológico são bem-vindas, pois estarão agregando maior valor econômico a matéria-prima.

Experimental

Acetilação das fibras de sisal

O fio de sisal cardado foi adquirido no comércio local, cortado no comprimento de 21 cm, lavado, desfiado e seco a temperatura ambiente até peso constante. Dessa forma, as fibras obtidas foram denominadas como, fibra natural contínua (FNC). Utilizando béquer de 2000 mL contendo 750 mL de ácido acético (80% v/v) adicionou-se 50 g de FNC. O sistema foi mantido em banho de glicerina por 20 min a temperatura de 100 °C. A fibra então foi lavada com água deionizada para retirar o excesso de ácido acético e secada a temperatura ambiente até peso constante. Essas fibras receberam a denominação de fibra acetilada contínua (FAC).

Modificação com $Al_2O_3 \cdot nH_2O$

FAC foram colocadas em um reator contendo íons alumínio dissolvidos em solução de KOH (0.2 mol L⁻¹). O pH da solução foi corrigido com H₂SO₄ (1 mol L⁻¹) até pH~9 ocorrendo a precipitação do óxido de alumínio hidratado ($Al_2O_3 \cdot nH_2O$). As fibras modificadas com $Al_2O_3 \cdot nH_2O$ foram lavadas, secas a temperatura ambiente até peso constante e designadas como híbrido contínuo (HC).

Conformação de compósitos

Foram preparados compósitos 200x200x5 mm de matriz epóxi através da laminação manual/compressão onde a relação fibra/matriz utilizada foi de 1:11 (m/m). O reforço foi lavado e secado em estufa a 60 °C até peso constante, para que se determinasse a massa de matriz E a ser aplicada na laminação. Os compósitos foram identificados como: compósito com fibra natural contínua (CFNC), compósito com fibra acetilada contínua (CFAC), compósitos com híbrido contínuo (CHC).

Teste de absorção e desidratação de água (ASTM D570)

O teste de absorção de água foi realizado segundo ASTM D570. Os corpos-de-prova 15x15x5 mm (cp^{abs}) foram produzidos a partir dos compósitos 200x200x5 mm, usando serra convencional e acabamento com lixa de madeira grão 60. Os cp^{abs} foram pesados e suas massas iniciais consideradas m_0^{abs} , ou seja, massa no instante zero (i=0). Os cp^{abs} foram adicionados a béquer de 100 mL, numerados e preenchidos com 50 mL de água deionizada a temperatura ambiente. Após 2 h (i=2), os cp^{abs} foram secos com papel toalha e pesados. O mesmo procedimento foi repetido depois de 24 h durante 7 dias (i=168) e depois a cada 4 dias até que a massa de saturação dos cp^{abs} fosse atingida. Através da Eq. 1 determinou-se a porcentagem de água absorvida (% m_i^{abs}) no instante i.

$$\%m_i^{abs} = \frac{(m_i^{abs} - m_0^{abs})}{m_0^{abs}} \quad (1)$$

Ao fim do teste de absorção (i=1032) os corpos de prova foram secos com papel toalha, pesados e suas espessuras medidas. Para o teste de desidratação a massa inicial foi considerada ($m_0^{des} = m_{1032}^{abs}$) e a espessura inicial (Φ_0^{des}) após a secagem. Em seguida os corpos de prova para desidratação (cp^{des}) foram colocados em estufa a 60 °C. Após 2 h os cp^{des} foram retirados da estufa, deixados a temperatura ambiente, pesados, medida a sua espessura com paquímetro e novamente colocados na estufa. O mesmo processo foi repetido até peso constante. A porcentagem de água

perdida na desidratação ($\%m_i^{des}$) foi determinada pela Eq. 1, já a porcentagem da variação de espessura ($\%\Phi_i^{des}$) foi determinada pela Eq. 2.

$$\% \Phi_i^{des} = \frac{(\Phi_i^{des} - \Phi_0^{des})}{\Phi_0^{des}} \cdot 100 \quad (2)$$

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As amostras dos CFNC, CFAC e CHC foram fixadas em um suporte com ajuda de uma fita de carbono autocolante dupla face e em seguida submetidas a metalização e analisadas por elétrons secundários.

Resultados e Discussão

Absorção de água e desidratação

A Fig. 1 apresenta os resultados da porcentagem de água absorvida em função da raiz quadrada do tempo para os CFNC, CFAC e CHC.

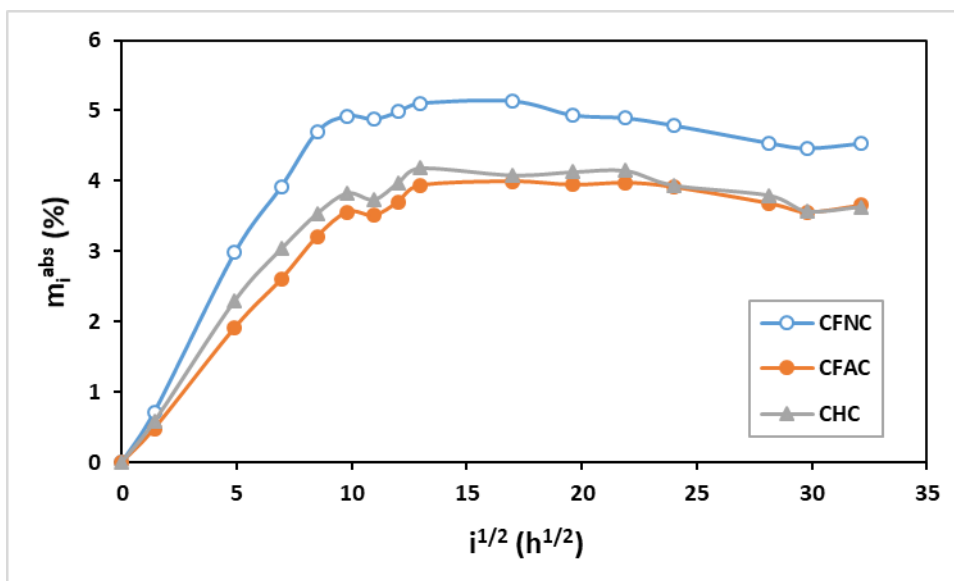


Figura 1: Resultados de absorção de água nos compósitos de fibra contínua.

Analisando a Fig. 1 percebe-se que os cp^{abs} atingem a massa de saturação em aproximadamente 7 dias ($i^{1/2} = 12,96 \text{ h}^{1/2}$). O CFNC demonstrou maior absorção de água que o CFAC e CHC ao longo de todo o teste (1032 h). Então entende-se que os tratamentos de superfície utilizados surtiram efeito positivo, ou seja, a absorção dos CFAC e dos CHC foi em média 22% menor, resultado concordante com os observados por [6].

A Fig.2 apresenta os resultados referentes ao teste de desidratação em estufa a 60 °C dos compósitos reforçados com fibra contínua.

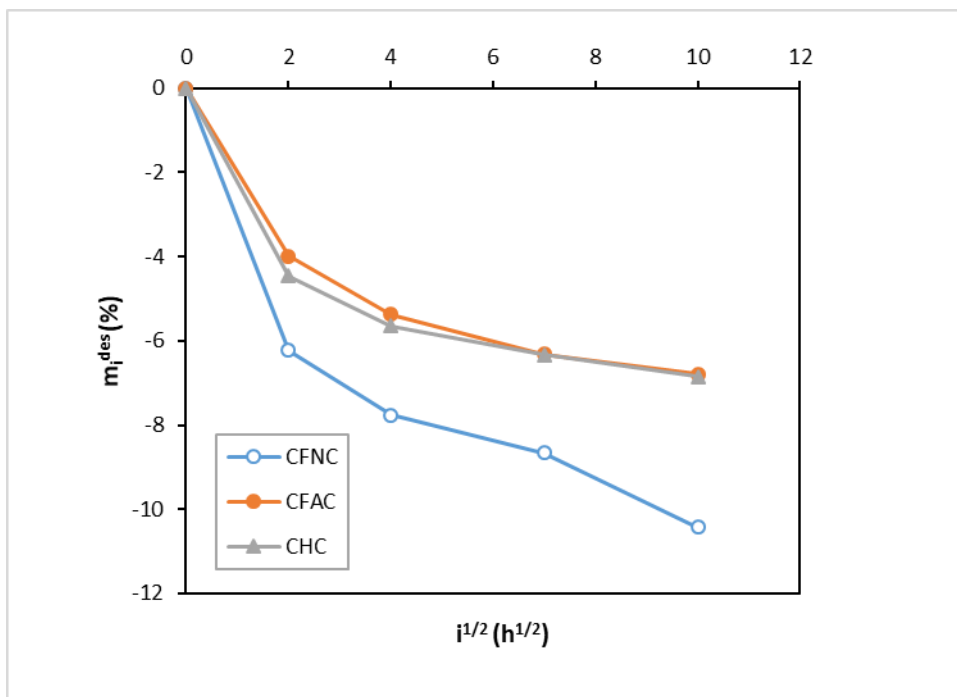


Figura 2: Resultados do teste de desidratação dos compósitos de fibra contínua.

A partir da análise da Fig. 2 observa-se que ao longo do teste os CFAC e CHC revelaram comportamento semelhante. Já os CFNC demonstraram maior perda de água em relação aos CFAC e CHC, o que ratifica os resultados do teste de absorção, pois o CFNC foi o que apresentou maior absorção de água.

MEV

Conforme a Fig. 3 (a) observa-se que o CFNC apresenta diversos pontos onde a fibra foi descolada da matriz originados pelo inchaço após a absorção de água seguida pela desidratação. Já o CFAC demonstra segundo a Fig. 3 (b) que não houve descolamento significativo. Entende-se que esse resultado está relacionado a redução da natureza hidrofílica da fibra pela acetilação, concordante com os resultados observados por [7].

Analisando a Fig. 3 (c) observa-se que o descolamento no CHC é proveniente da eliminação de água e desinchaço. Acredita-se que a presença de $Al_2O_3 \cdot nH_2O$ incorporado a fibra, tornou a fibra menos susceptível a absorção de água pela presença do inorgânico, porém gerando uma fina camada de óxido hidratado que não permite a perfeita adesão da fibra a matriz.

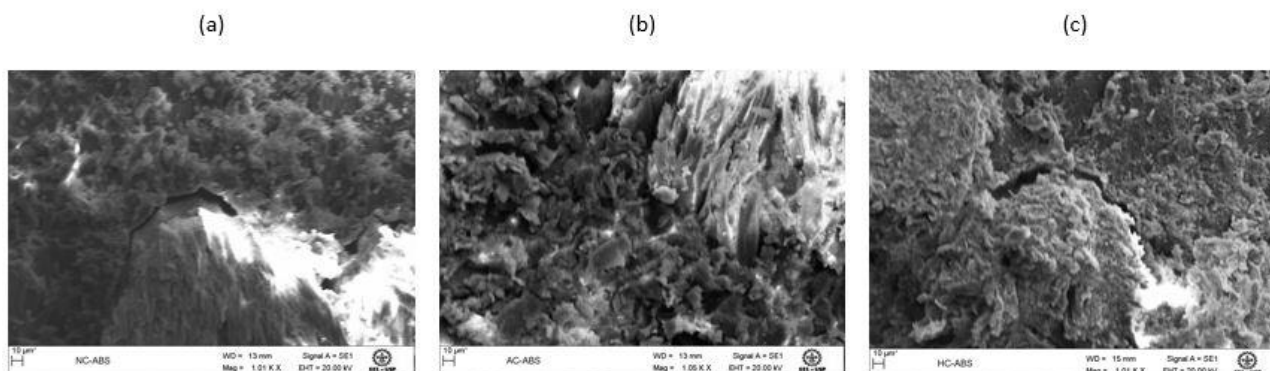


Figura 3: Resultados de MEV dos compósitos de fibra contínua.

Conclusões

Com base nos resultados apresentados conclui-se que os tratamentos de superfície surtiram efeito positivo. Em média houve 22 % menos absorção de água dos compósitos cujas fibras sofreram acetilação e modificação com $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, enquanto o CFNC apresentou absorção acentuada. Os testes de desidratação confirmam os resultados de absorção. Os resultados de MEV sugerem o descolamento entre fibra e matriz na ordem $\text{CFNC} > \text{CHC} > \text{CFAC}$.

Agradecimentos

A EEL/USP, a minha orientadora Professora Maria Lucia Caetano Pinto da Silva e ao meu colega de laboratório Caio Henrique Pinheiro pela oportunidade de desenvolver esse trabalho.

Referências

- [1] Ashik KP, Sharma RS. A Review on Mechanical Properties of Natural Fiber Reinforced Hybrid Polymer Composites. *J Miner Mater Charact Eng* 2015;3:420–6. doi:10.4236/jmmce.2015.35044.
- [2] Alavudeen A, Rajini N, Karthikeyan S, Thiruchitrambalam M, Venkateshwaren N. Mechanical properties of banana / kenaf fiber-reinforced hybrid polyester composites : Effect of woven fabric and random orientation. *Mater Des* 2015;66:246–57. doi:10.1016/j.matdes.2014.10.067.
- [3] Ramesh M, Ananda TS, Aswin US, Eashwar H, Deepa C. Processing and Mechanical Property Evaluation of Banana Fiber Reinforced Polymer Composites. *Procedia Eng* 2014;97:563–72. doi:10.1016/j.proeng.2014.12.284.
- [4] Saba N, Paridah MT, Jawaid M. Mechanical properties of kenaf fibre reinforced polymer composite: A review. *Constr Build Mater* 2015;76:87–96. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.11.043.
- [5] Srisuwan S, Prasotsopha N, Suppakarn N, Chumsamrong P. The effects of alkalized and silanized woven sisal fibers on mechanical properties of natural rubber modified epoxy resin. *Energy Procedia* 2014;56:19–25. doi:10.1016/j.egypro.2014.07.127.
- [6] Lopes FFM, Araújo GT de, Nascimento JWB, Gadelha TS, Silva VR. Estudo dos efeitos da acetilação em fibras de sisal. *Rev Bras Eng Agrícola e Ambient* 2010;783–8. doi:10.1590/S1415-43662010000700015.
- [7] Halip JA, Hua LS, Ashaari Z, Tahir PM, Chen LW, Anwar Uyup MK. Effect of treatment on water absorption behavior of natural fiber-reinforced polymer composites. Elsevier Ltd; 2018. doi:10.1016/b978-0-08-102292-4.00008-4.