Comportamento mecânico de compósitos poliméricos reforçados com fibras de seda artificial (raiom)

Ricardo Enrique Candia Cazon[1], Carlos Eduardo Marques de Araújo[2], Edson Roberto da Silva[3], Nattácia Rodrigues de Araújo Felipe Rocha[4], Fabíola Medeiros da Costa[4], Warley Augusto Pereira[5]

[1] Graduando do curso de Engenharia mecânica, Universidade de Rio Verde. Aluno de Iniciação Científica – PIVIC.
[2] Graduando do curso de Engenharia Mecânica da Universidade de Rio Verde. Aluno de Iniciação Científica – PIBIC.
[3] Prof. Me. da Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade de Rio Verde.
[4] Profa. Dra. da Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade de Rio Verde.
[5] Orientador, Prof. Dr. da Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade de Rio Verde. warley@unirv.edu.br.

Reitor:
Prof. Me. Alberto Barella Netto

Pró-Reitor de Pesquisa e Inovação:
Prof. Dr. Carlos César E. de Menezes

Editor Geral:
Prof. Dra. Andrea Sayuri Silveira Dias Terada

Editores de Seção:
Profa. Dra. Ana Paula Fontana
Prof. Dr. Hidelberto Matos Silva
Prof. Dr. Fábio Henrique Baia
Pra. Dra. Muriel Amaral Jacob
Prof. Dr. Matheus de Freitas Souza
Prof. Dr. Warley Augusto Pereira

Fomento:
Programa PIBIC/PIVIC UniRV/CNPq 2022-2023

Resumo: A seda artificial é qualquer fibra sintética semelhante à seda, ela é normalmente usada para confecção de roupas, sendo um substituto mais econômico para a seda natural. O objetivo deste trabalho é verificar a viabilidade, do ponto de vista de propriedades mecânicas, de se produzir compósitos com matriz de epóxi reforçada com fibras de raiom de viscose, conhecido como seda artificial. Foi medida a densidade das fibras, verificando que sua densidade é equivalente a de outras fibras de origem vegetal estudadas por outros pesquisadores. Também foi feito o ensaio de adesão, mostrando que a fibra de raiom possui boa afinidade com o epóxi, embora tenha apresentado baixa tensão cisalhante interfacial. Foi feito um planejamento fatorial com análise de variância para verificar o efeito do número de camadas de fibras e da fração volumétrica de fibras nos compósitos sobre propriedades mecânicas de tração. As análises mostraram que, embora tenha havido influência dos fatores sobre as propriedades mecânicas, a fibra não se mostrou promissora na produção de compósitos devido aos baixos valores das propriedades mecânicas obtidas nos ensaios de tração.

Palavras-Chave: Fibra celulósica. Matriz polimérica. Propriedades mecânicas. Ensaio de adesão. Análise estatística.

Mechanical behavior of polymer composites reinforced with artificial silk fibers (rayon).

Abstract: *Artificial silk is any synthetic fiber similar to silk, it is normally used to make clothing and is a more economical substitute for natural silk. The objective of this work is to verify the feasibility, from the point of view of mechanical properties, of producing composites*

with an epoxy matrix reinforced with viscose's rayon fibers, known as artificial silk. The density of the fibers was measured, verifying that their density is equivalent to that of other fibers of vegetable origin studied by other researchers. An adhesion test was also carried out, showing that the rayon fiber has good affinity with epoxy, although it presented low interfacial shear tension. A factorial design with analysis of variance was carried out to verify the effect of the number of fiber layers and the volumetric fraction of fibers on the composites on tensile mechanical properties. The analysis showed that although there was an influence of factors on the mechanical properties, the fiber did not show promise in the production of composites due to the low mechanical properties presented.

Keywords: *Cellulosic fiber. Polymeric matrix. Mechanical properties. Adhesion test. Statistical analysis.*

Introdução

Devido ao rápido crescimento nas indústrias de manufatura, há necessidade de materiais que tenham melhores propriedades em termos de resistência, rigidez, densidade, menor custo com melhor sustentabilidade, sendo os compósitos, materiais que possuem tais propriedades. Nas últimas décadas, os polímeros substituíram muitos dos materiais convencionais, como os metais, em várias aplicações. Isso é possível devido às vantagens que o polímero oferece em relação aos materiais convencionais, sendo as mais importantes a facilidade de processamento, leveza, produtividade maior e redução de custos. Para muitas aplicações, as propriedades dos polímeros são modificadas com cargas e fibras para atender aos requisitos de módulo de alta resistência (Gowda *et al*., 2018).

Raiom ou rayon foi um dos primeiros tecidos artificiais, sendo produzido a partir de fibras celulósicas. Embora tenha sido criado em 1885, quando era chamado de "seda artificial", o nome raiom só se firmou em 1924 (Udale, 2015). Derivado da polpa da madeira, tem características parecidas com o algodão: é bastante resistente, modela-se facilmente e é macio; a fibra de raiom tem boa absorção, é confortável e é tingida com facilidade. Fibras de raiom normais e modificadas, bem como fibras celulósicas regeneradas, são os principais substitutos do algodão na fabricação de vestuário e mobiliário doméstico. Raiom foi a primeira fibra celulósica regenerada produzida a partir de polpa de madeira por processos viscose baseados em fiação úmida. Através da modificação dos parâmetros químicos e/ou físicos de fabricação, são obtidos diferentes tipos de fibras de raiom com características únicas. O raiom de alto módulo (tipo modal) é uma modificação do raiom de viscose regular com maior tenacidade. O raiom de viscose tem uma tenacidade seca e úmida mais baixa, mas maior alongamento em comparação com o algodão (Erdumlu; Ozipek, 2008).

Tanto polímeros termoplásticos quanto os termofixos são usados nos compósitos de matriz polimérica, sendo os termofixos os mais empregados, onde os epóxis, por suas características mecânicas e de processamento um dos mais utilizados, principalmente em pré-impregnados (prepregs), na indústria aeronáutica, de tecidos de fibras de carbono, de vidro ou de aramida (Costa et al., 2003). Devido às características de baixa viscosidade, de ser uma resina líquida com cura química ou por luz, de poderem ser moldados a baixas pressões, além da alta capacidade de adesão a vários tipos de reforços e do baixo teor de umidade, fazem dos polímeros termofixos os preferidos como matriz em compósitos de matriz polimérica (Pickering; Efendy; Le, 2015).

O comportamento de adesão entre a fibra e a matriz é de fundamental importância para se poder interpretar corretamente as propriedades mecânicas dos compósitos. Para a análise das propriedades interfaciais fibra-matriz de compósitos reforçados por fibra existem alguns ensaios que podem ser aplicados para esse fim, sendo o teste de arrancamento de fibra única (pullout test) o mais eficaz e conveniente para a determinação da tensão de cisalhamento interfacial necessária para romper a interface fibra/matriz (Li; Mai, 2006; Graupner et al., 2014; Zhou et al., 2016).

O processo de moldagem, assim como as dimensões e a concentração dos reforços, além da afinidade entre a matriz polimérica e o reforço em compósitos, promovem vários tipos de modificações no compósito (Barbosa, 2011).

O objetivo deste trabalho é a criação e o estudo da viabilidade do uso da fibra de raiom de viscose como reforço em compósito de matriz polimérica a base de epóxi, do ponto de vista de comportamento mecânico (em tração), em função do número de camadas e da fração volumétrica de fibra na matriz.

Material e Métodos

Para a confecção dos corpos de prova usados, foi utilizado o tecido de raiom de viscose comercial (adquirido em loja de tecido), além da resina epóxi 2001 PT com endurecedor 3154BB da marca Redelease, com diluição de 100% de resina para 50% de endurecedor em massa, conforme orientação do fabricante.

Na primeira etapa foi medida da densidade do raiom através do método de Arquimedes (deslocamento de líquido). O tecido foi cortado em pequenas tiras e a massa de cada amostra foi medida em balança de precisão (±0,001 g). Depois, cada amostra foi colocada dentro de uma proveta graduada com 70 ml de água, ficando imersas na água por 24 horas para que houvesse encharcamento do tecido. Após esse período, verificou-se o volume deslocado da água dentro da proveta, sendo esse o próprio volume das fibras. Com a massa e o volume das amostras, realizou-se o cálculo das densidades. Para evitar a evaporação da água durante o período de encharcamento das amostras, as provetas foram vedadas com filme plástico. A densidade média foi determinada a partir de quatro medidas. A densidade do epóxi foi determinada de forma semelhante usando pedaços de epóxi sólidos não havendo necessidade para tempo de encharcamento das amostras.

Na segunda etapa, foram realizados ensaios de tração nas fibras (20 amostras) para se conhecer sua resistência à tração. As fibras foram obtidas a partir do desfiamento de uma das bordas do tecido e cortadas com comprimento de 250 mm. Para se determinar a área da seção transversal, os diâmetros das fibras foram medidos com um microscópio Estereoscópio Trinocular com Zoom - Nova XTD 30, com ampliação de 20x, uma câmera digital colorida 5 MP e o software ImageJ. Os diâmetros médios foram calculados a partir de três medidas feitas ao longo de cada fibra.

Na terceira etapa, foram feitos ensaios de adesão entre a fibra de raiom e a matriz de epóxi. Este método, conhecido como *pullout test*, é usado para se determinar o menor comprimento da fibra para que ela não escorregue da matriz (comprimento crítico L_c). Quando a fibra escorrega da matriz, significa que não houve aderência entre elas, caso a fibra rompa sem escorregar, significa que houve aderência. Foram feitos 5 corpos de prova, onde a fibra de raiom foi embutida em uma profundidade de 1,0 mm na matriz de epóxi. Como houve ruptura em todas as amostras e não havia condições de se embutir menos de 1,0 mm, esse valor foi considerado como comprimento crítico L_C.

A tensão cisalhante interfacial (τ_c) para o par fibra/matriz foi calculada a partir do valor de L_c, utilizando-se a Equação (1) (Zhou *et al.*, 2016).

$$\tau_c = \frac{\lambda \cdot \sigma_f \cdot A_f}{C_f \cdot l_c} \quad (1)$$

onde: λ é um fator de segurança que varia de 0,9 a 1,0 (foi usado o intervalo), σ_f é a resistência à tração das amostras de fibra de raiom, A_f e C_f são, respectivamente, a área e o perímetro médio da seção transversal das fibras testadas.

A etapa seguinte foi a confecção dos corpos de prova dos compósitos. Os pedaços de tecido de raiom foram cortados de acordo com dimensões discriminadas na norma ASTM D3039 (2017) para ensaios de tração em compósitos. Após a preparação da resina, as mantas de raiom foram impregnadas de epóxi formando-se prepregs. Os corpos de prova dos compósitos foram feitos por laminação dentro de um molde de borracha de silicone, com uso de rolo metálico ranhurado, que serve para encharcar o tecido com a resina e ao mesmo tempo fazer a retirada das bolhas de ar formadas na resina. Após seu endurecimento, as placas sólidas formadas foram cortadas em corpos de provas para os ensaios de tração de acordo com a norma citada.

Com os corpos de prova prontos, foram realizados ensaios de tração para verificar a influência do número de camadas de tecido no compósito e da concentração do reforço sobre as propriedades

mecânicas de tração dos compósitos analisados. Para conseguir verificar essas influências, foi feito um planejamento fatorial com dois níveis de camadas (uma e duas camadas) e dois níveis de concentração do reforço no compósito (10% e 15%). Foram usadas cinco réplicas para cada combinação de fatores (quantidade mínima definida pela norma). Como variável de resposta, o limite de resistência à tração. A confirmação da influência dos fatores (número de camadas e fração volumétrica) sobre a resistência à tração foi feita a partir de uma análise de variância com α = 5%.

O equipamento usado para todos os tipos de ensaio foi uma máquina universal de ensaios, modelo BME-20kN da Oswaldo Filizola com controle pelo software DynaView.

Resultados e Discussão

As medidas da densidade dos materiais indicou que a densidade média do epóxi foi de 1,127 ± 0,300 g/cm^3, enquanto que a do raiom foi de 1,312 ± 0,109 g/cm^3.

A densidade do raiom é semelhante à de outras fibras naturais, como a de coco, com 1,15 a 1,52 g/cm^3 e a de sisal, com 1,26 a 1,50 g/cm^3, mas ainda abaixo da fibra de algodão, com 1,51 a 1,60 g/cm^3 e das principais fibras sintéticas comerciais, como a fibra de carbono, com 1,78 a 1,81 g/cm^3 e a de vidro, com 2,50 a 2,58 g/cm^3, que geralmente são usados em substituição aos metais, normalmente mais pesados (Monteiro et al., 2011).

A Tabela 1 apresenta o valor médio e o desvio-padrão das propriedades mecânicas obtidas a partir dos ensaios de tração realizados na fibra de raiom e na resina de epóxi. Devido ao comportamento irregular sob tração causado pelo desfiamento da fibra, não foi possível determinar seu limite de escoamento e seu módulo de elasticidade.

Tabela 1 - Propriedades de tração da fibra de raiom e do epóxi

Material	Força máxima (N)	Tensão de escoamento (MPa)	Tensão máxima (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)	Alongamento na ruptura (%)
Fibra raiom	1,80 ± 0,77	-	51,20 ± 22,41	-	10,51 ± 4,08
Epóxi	2,72 ± 0,27	13,72 ± 0,72	60,49 ± 2,01	2227,8 ± 0,4	6,55 ± 1,11

Fonte: autoria própria

Verifica-se da Tabela 1 que a matriz de epóxi apresentou resistência à tração de 18,1% maior que a da fibra de raiom, além de alongamento até a ruptura 37,7% menor, que é justamente o contrário do que se espera nos componentes de um compósito, onde a fibra deve ter resistência maior, para suportar as cargas impostas, e a matriz deve se alongar mais, para permitir o alongamento da fibra, mais forte, sem se romper.

Nos ensaios de arrancamento da fibra de raiom da matriz de epóxi, com o embutimento de 1 mm, das cinco amostras testadas, todas se romperam apresentando um limite de resistência à tração médio de 67,13 ± 10,95 MPa. Como essa é o menor comprimento possível de embutimento, adotou-se o comprimento crítico de embutimento de L_c = 1,0 mm.

A partir do valor de L_c, calculou-se, com a Equação (1), o valor da tensão cisalhante interfacial (τ_c), encontrando-se o intervalo: τ_c = 2,42 a 2,69 MPa. Apesar do baixo comprimento crítico, que indica uma boa ligação entre a fibra e a matriz, a baixa resistência da fibra promoveu uma baixa tensão cisalhante interfacial, inferior a de outras fibras naturais em matriz de epóxi como, por exemplo, o sistema epóxi/buriti com τ_c = 8,37 MPa e o sistema epóxi/piaçava, com τ_c = 10,0 MPa (Barbosa, 2011). Diversos fatores físicos e químicos característicos de cada par matriz/fibra, incluindo a morfologia da interface, a energia da superfície e os fenômenos de molhabilidade, além de características polares dos componentes, podem influenciar sua ligação (Ariawan *et al.*, 2017).

A Tabela 2 apresenta os resultados dos ensaios de tração dos compósitos epóxi/raiom. São apresentados os valores médios e o desvio padrão das propriedades mecânicas de cinco amostras para cada combinação de fatores. Foram feitas duas frações em volume de fibra na matriz, sendo a primeira fração com 10% de reforço e a segunda com 15%.

Tabela 2 – Propriedades de tração dos compósitos com matriz de epóxi e fibra de raiom

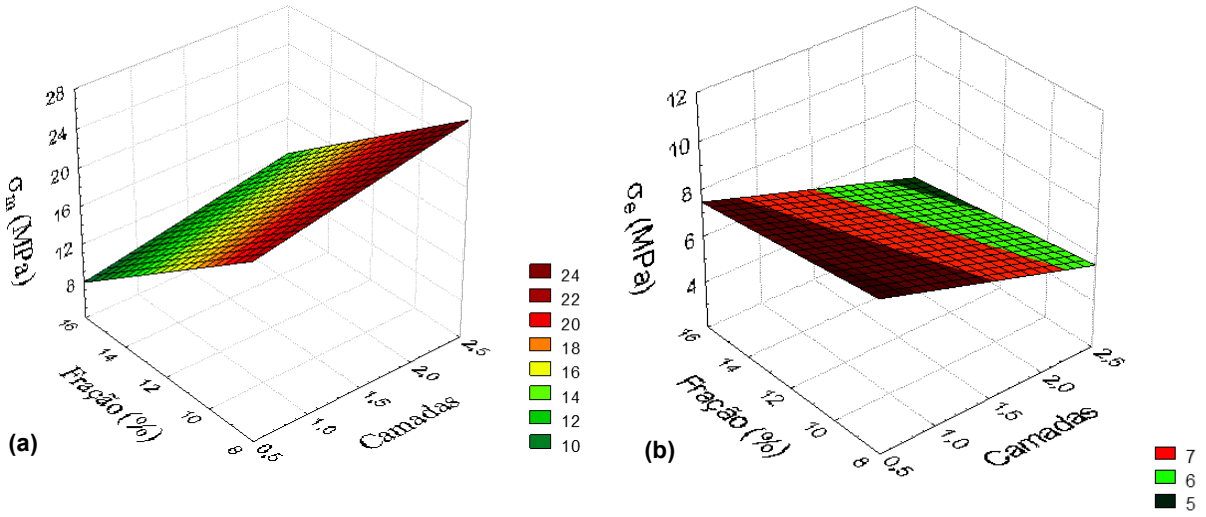
Compósito	Força máxima (N)	Tensão de escoamento (MPa)	Tensão máxima (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)	Alongamento na ruptura (%)
1 camada/1ª fração	474,6 ± 118,9	8,26 ± 1,72	19,43 ± 3,98	740,3 ± 72,9	4,03 ± 0,41
2 camadas/1ª fração	687,8 ± 132,1	5,31 ± 1,44	22,46 ± 2,55	797,4 ± 103,4	3,90 ± 1,44
1 camada/2ª fração	130,2 ± 12,4	6,11 ±1,08	11,21 ± 1,41	562,5 ± 98,9	6,22 ± 0,75
2 camadas/2ª fração	236,4 ± 11,9	6,16 ± 1,54	12,50 ± 1,33	438,9 ± 63,8	9,32 ± 2,20

Fonte: autoria própria

Observa-se na Tabela 2 que para a segunda fração (15% de fibras), para o mesmo número de camadas, há uma redução na rigidez e no limite de resistência dos compósitos, mas não há uma alteração significativa na tensão de escoamento. Isto pode ter ocorrido pelo fato da menor resistência à tração da fibra em comparação com a matriz, o que provoca uma redução tanto na resistência à tração quanto da rigidez conforme se aumenta a quantidade de fibras no compósito. Com relação ao efeito do número de camadas, para a mesma fração, o aumento do número de camadas elevou ligeiramente a resistência à tração, mas com relação ao limite de escoamento, ao módulo de elasticidade e ao alongamento, o efeito do número de camadas depende da fração de fibra usada.

A análise de variância mostrou que apenas a fração de fibra influenciou significativamente (α = 5%) o limite de resistência à tração. Com relação ao limite de escoamento, houve influência significativa do número de camadas e houve interação entre os dois fatores, mas não houve efeito significativo da fração de fibra. Com relação ao módulo de elasticidade, a análise de variância confirmou que houve influência significativa da fração volumétrica de fibra, mas não houve influência do número de camadas. Também houve interação entre os dois fatores.

A análise de variância mostrou que não houve uma influência significativa da fração de fibra sobre a resistência à tração e o limite de escoamento, mas houve influência sobre o módulo de elasticidade e o alongamento na ruptura. A Figura 1 apresenta as curvas de superfície de resposta relacionando os dois fatores analisados com o limite de resistência à tração (Figura 1(a)), com o limite de escoamento (Figura 1(b)) e com o módulo de elasticidade (Figura 1(c)). As curvas de superfície de resposta mostram a tendência da influência dos fatores sobre as variáveis de resposta, neste caso, as propriedades mecânicas analisadas.



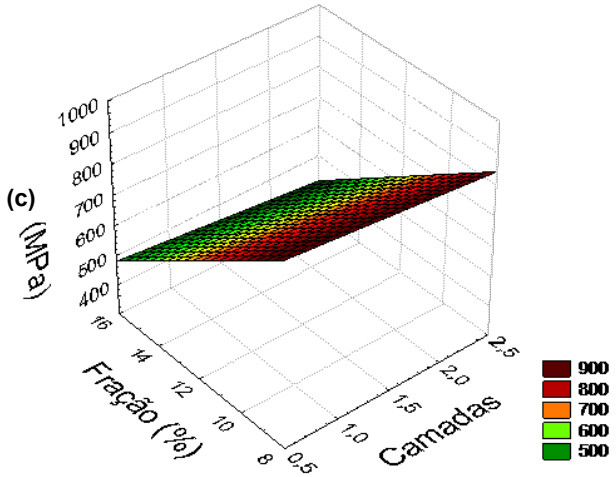


Figura 1 - Gráficos de superfície de resposta
Fonte: autoria própria

A Figura 1(a) mostra que o limite de resistência à tração tende a crescer com a elevação do número de camadas e a reduzir com a elevação da fração volumétrica de fibras. Apesar da baixa resistência da fibra de raiom, a elevação do número de camadas tende a aumentar a resistência do compósito como um todo pelo travamento da estrutura devido à ligação entre matriz e reforço.

Na Figura 1(b), pode-se observar que o limite de escoamento do compósito reduz ligeiramente com a elevação do número de camadas e praticamente não se altera com a elevação da fração de fibras. Como a fibra de raiom desfia durante a tração, ela apresentou um alto alongamento, mas não ofereceu muita resistência (Tabela 1), gerando baixa resistência do compósito, sendo sua resistência principalmente devido à matriz de epóxi, que é o contrário do que se espera em um compósito.

Na Figura 1(c), observa-se que o módulo de elasticidade cai com a elevação da fração de fibras, mas não se altera com a variação do número de camadas. A presença de uma quantidade maior de fibra, aparentemente provoca uma redução da rigidez do compósito, devido à baixa resistência da fibra e, provavelmente, sua baixa rigidez, que não foi possível determinar por causa do seu desfiamento durante os ensaios de tração, que gerou curvas irregulares de tração x deformação.

Conclusão

A fibra de raiom apresentou densidade equivalente a de outras fibras de origem vegetal. Também apresentou boa capacidade de ligação com a matriz de epóxi, apresentando um baixo comprimento crítico, embora tenha apresentado baixa tensão cisalhante interfacial.

A fibra de raiom, embora tenha boas características do ponto de vista ambiental e ser de origem renovável, visto que é produzida a partir de polpa de madeira, não se mostrou promissora na confecção de compósitos de matriz polimérica, do ponto de vista de propriedades mecânicas.

As análises de variância comprovaram o efeito da fração de fibras sobre o limite de resistência e sobre a rigidez dos compósitos, enquanto que o número de camadas influenciou significativamente apenas o limite de escoamento dos compósitos. Entretanto, apesar destas influências, não houve melhora importante das propriedades mecânicas com a alteração destes dois fatores.

Agradecimentos

Ao Programa de Iniciação Científica da Universidade de Rio Verde.

Referências Bibliográficas

ARIAWAN, D.; ISHAK, Z. A. M.; SALIM, M. S.; TAIB, R. M.; THIRMIZIR, M. Z. A. Wettability and interfacial characterization of alkaline treated kenaf fiber-unsaturated polyester composites fabricated by resin transfer molding. **Polymer Composites**, v. 38, issue 3, pp. 507-515, 2017.

ASTM D3039/D3039M:17, Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, West Conshohocken, PA, United States, ASTM International, 2017.

BARBOSA, A. P**. Características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de buriti**. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, p. 160. 2011.

COSTA, M. L.; PAIVA, J. M. F.; BOTELHO, E. C.; REZENDE, M. C. Avaliação térmica e reológica do ciclo de cura do pré-impregnado de carbono/epóxi. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, vol. 13, nº 3, p. 188-197, Dez. 2003.

ERDUMLU, N.; OZIPEK, B. Investigation of Regenerated Bamboo Fibre and Yarn Characteristics. **Fibres & Textiles in Eastern Europe**, Łódź, Vol. 16, No. 4 (69) pp. 43-47. 2008.

GOWDA, T. G. Y.; SANJAY, M. R.; BHAT, K. S.; MADHU, P.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; YOGESHA, B. Polymer matrix-natural fiber composites: an overview. **Cogent Engineering**, London, v. 5, n. 1, pp. 1-13, Mar. 2018.

GRAUPNER, N., RÖßLER, J., ZIEGMANN, G., MÜSSIG, J. Fibre/matrix adhesion of cellulose fibres in PLA, PP and MAPP: a critical review of pullout test, microbond test and single fibre fragmentation test results. **Composites: Part A**, v. 63, pp. 133–148, Abr. 2014.

LI, Y.; MAI, Y. W. Interfacial Characteristics of Sisal Fiber and Polymeric Matrices. **The Journal of Adhesion**, London, 82:5, 527-554, Mar. 2006.

MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; BARBOSA, A. P.; BEVITORI, A. B.; DA SILVA, I. L. A; DA COSTA, L. L. Natural lignocellulosic fibers as engineering materials – an overview. **The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International**, Pittsburgh, v. 42A, pp. 2963-2974, Out. 2011.

PICKERING, K. L., EFENDY, M. G. A., LE, T. M. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. **Composites: Part A**, v. 83, pp. 98–112, Sep. 2015.

UDALE, J. **Tecidos e Moda - Coleção Fundamentos de Design de Moda**. 2. ed. Porto Alegre: Bookman Editora, 2015.

ZHOU, J.; LI, Y.; LI, N.; HAO, X.; LIU. C. Interfacial shear strength of microwave processed carbon fiber/epoxy composites characterized by an improved fiber-bundle pull-out test. **Composites Science and Technology**, v. 133, pp. 173-183, Set. 2016.