

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS DE RESINA EPÓXI REFORÇADOS COM FIBRAS DE AÇAÍ (*euterpe oleracea M.*)

Da Costa, Christian Ewerton; Bacharel em engenharia química; UEAP; Da Silva, Manoel Rodrigues; Mestre em Engenharia Química; Tavares, Felipe Fernando da Costa; Mestre em Engenharia Química; da Silva, João Antônio Pessoa da Silva; Mestre em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

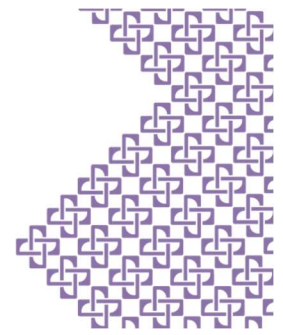
christianewerton82@gmail.com

Resumo

A resina epóxi permite ser combinada com inúmeros materiais graças às suas formidáveis propriedades, seu poder adesivo, fácil processamento, baixas viscosidade e absorção de água, boa resistência mecânica, química, térmica e elétrica. No estado do Amapá, o comércio do açaí gera uma grande quantidade de resíduos sólidos ricos em fibras vegetais que poderiam servir como matéria prima na produção de compósitos, porém a destinação é incerta. Assim, o objetivo do presente trabalho foi confeccionar compósitos poliméricos de resina epóxi reforçados com 10, 20, e 30% de fibra de açaí em relação à porção de resina a fim de avaliar suas propriedades. Posteriormente, os compósitos foram caracterizados via ensaios de resistência à flexão, massa específica, absorção de água, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise termogravimétrica (TGA). O estudo sugeriu que as fibras de açaí podem servir como enchimento em compósitos poliméricos em virtude à razoável compatibilidade das fases dos materiais à redução da quantidade de resina utilizada.

Palavras Chave: Resina epóxi, Fibra de açaí, Compósitos.

Abstract



Epoxy resin allows it to be combined with numerous materials thanks to its formidable properties, its adhesive power, easy processing, low viscosity and water absorption, good mechanical, chemical, thermal and electrical resistance. In the state of Amapá, the açai trade generates a large amount of solid residues rich in vegetable fibers that could serve as raw material in the production of composites, but the destination is uncertain. As a result, polymer composites were made with 10, 20, and 30% of açai fiber in relation to the resin portion in order to evaluate their properties. Subsequently, the composites were characterized using flexural strength, specific mass, water absorption, scanning electron microscopy (MEV) and thermogravimetric analysis (TGA) tests. The study suggested that açai fibers can serve as a filler in polymer composites due to the reasonable phase compatibility of the materials and the reduction in the amount of resin used.

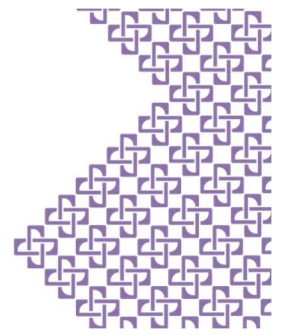
Keywords: Epoxy resin, Açai fiber, Composites.

Introdução

Compósitos são materiais multifásicos que são capazes de intermediar o desempenho mecânico de seus constituintes. Como exemplos desses materiais pode-se citar a madeira, a lama, ossos nos seres vivos, entre outros. O homem de forma análoga, após observar o que ocorria na natureza, passou a combinar os materiais existentes para dar origem a outros bem mais sofisticados e assim possibilitar o avanço da humanidade [5]; [10]; [17].

O grande conforto tecnológico em que vivemos atualmente é sem dúvida uma dádiva para o ser humano, mas o consumo desenfreado de recursos naturais não renováveis representa uma questão a ser revista em função dos impactos ambientais que potencializam as mudanças climáticas. Como reflexo de tal questão, diversas pesquisas veem tentando aliar o uso de fibras de origem vegetal em compósitos poliméricos para torná-los menos agressivos ao meio ambiente, podendo em alguns casos até substituir ou complementar outros materiais tradicionais não renováveis. Esses materiais possuem como vantagens a baixa massa específica, baixa abrasividade, baixa toxidez e a sustentabilidade intrínseca, entretanto exibem alta variabilidade em suas propriedades mecânicas e não toleram altas temperaturas [3]; [14]. Fibras vegetais são do ponto de vista econômico e ambiental biodegradáveis, renováveis, abundantes e baratas. Elas podem ser obtidas do coco, malva, sisal, juta, algodão, cânhamo entre outros. Além disso, elas possuem como grupos químicos característicos a lignina, a hemicelulose e a celulose, responsáveis pelo termo lignocelulósicas e pelas propriedades de cada uma delas [9]; [12]; [27].

A resina epóxi é um polímero termorrígido que, após reticulação, apresenta uma estrutura tridimensional de alto peso molecular com alta densidade de ligações cruzadas, as quais são responsáveis pela infusibilidade característica dessa resina. Como consequência dessa estrutura, ela



demonstra alta rigidez, boa resistência térmica, química, elétrica, e uma ótima estabilidade dimensional e geralmente serve como matriz em compósitos cujos reforços são fibras de vidros, aramidas ou carbono. A estrutura química característica das resinas epóxi consiste em um anel de três membros, conhecido como oxido de etileno, que é responsável por sua boa compatibilidade com outros materiais [8]; [17]; [22]; [25].

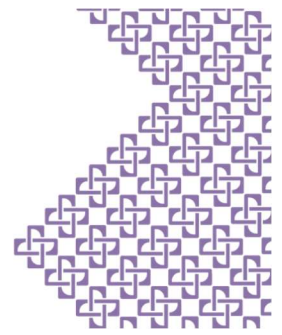
A fibra de açai é obtida da matéria residual pós-processamento do fruto para a obtenção da polpa de açai. Elas ficam localizadas em uma camada inferior à da polpa, podendo sua extração ocorrer de forma manual, **Imagem 1**. Dentre as características das fibras de açai, sua polaridade é notável, e inclusive pode contribuir para uma boa ligação interfacial com resinas termorrígidas. Em relação ao comportamento térmico, elas apresentam estabilidade térmica em torno dos 230 °C, comparável à de outros materiais lignocelulósicos já empregados industrialmente em produtos poliméricos [9]; [16]; [18]; [23]. No estado do Amapá, o comércio do açai gera uma boa quantidade de resíduos sólidos ricos em fibra de açai que não possuem destinação adequada e, na maioria das vezes, são simplesmente despejados em locais impróprios, como calçadas, terrenos não ocupados, próximo a córregos de rios e lagos, áreas de várzea e lixões viciados. Em concordância com a lei nº 12.305/10 que trata da Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), o uso desse resíduo agroindustrial em compósitos poliméricos pode se tornar uma nova solução para o problema do descarte final, além de agregar valor às sementes residuais, que geralmente são usadas para fins artesanais, elementos decorativos ou exploração energética [4]; [19].



Imagem 1 – Semente de açai.

Materiais e procedimento experimental

Os materiais compósitos foram produzidos a partir de três componentes principais, a resina epóxi, o endurecedor ou agente de cura e as fibras de açai. A resina do tipo “Aradilte® LY 1316 – 2 BR” é fabricada pela HUNTSMAN Advanced Materials Química Brasil Ltda e distribuída pela Maxepoxi - Industrial e Comercial Ltda. Segundo seu fabricante, ela forma um sistema de fácil manuseio com o agente de cura Aradur® 951 HY BR, e seu ciclo de cura pode ocorrer em temperatura ambiente. A TETA ou Aradur® 951 HY BR foi obtido do mesmo distribuidor da resina.



Após recepção das fibras, procedeu-se com a lavagem em água corrente e separação das sementes residuais com o auxílio de uma peneira. O material foi depois submetido à secagem em estufa do tipo Nova Ética EST.402 por 24 horas sob temperatura de 100 °C. Por fim, com auxílio do moinho SOLAB modelo SL-034 e peneiras de 150 e 500 µm as fibras foram separadas das sementes e classificadas.



Imagem 2 - fibras de açai.

O seguinte procedimento foi empregado para o preparo dos compósitos: **(I)** Em um béquer de vidro de 500ml, adicionou-se a resina epóxi e deixou em agitação por um intervalo de 10 - 20 minutos, a 40 °C, em Aquecedor – SOLAB SL-91; **(II)** Adicionou-se então 6,4 gramas do agente de cura (100/13), formando um sistema homogêneo após três minutos de agitação **(Imagem 3a)**, conforme recomendações do fabricante; as fibras de açai foram então adicionadas e misturadas manualmente de forma aleatória logo após a homogeneização do sistema resina-endurecedor **(Imagem 3b)**; **(III)** Ulteriormente, as três formulações de compósitos foram despejadas e conformadas de forma manual no molde que era formado por uma armadura retangular externa de material metálico que envolvia a armação interna, composta de um fundo de polietileno e tampa de teflon (Politetrafluoretileno). **(IV)** Nessa etapa o molde foi levado à estufa Nova Ética EST.402 para o processo de cura realizado por um período de 24 horas a 60 °C seguido de mais 2 horas consecutivas à temperatura de 100 °C [13]. A **imagem 4** mostra o fluxograma do processo de produção.



Imagem 3 – Componentes individuais (a) e sistema resina-endurecedor-fibra (b).

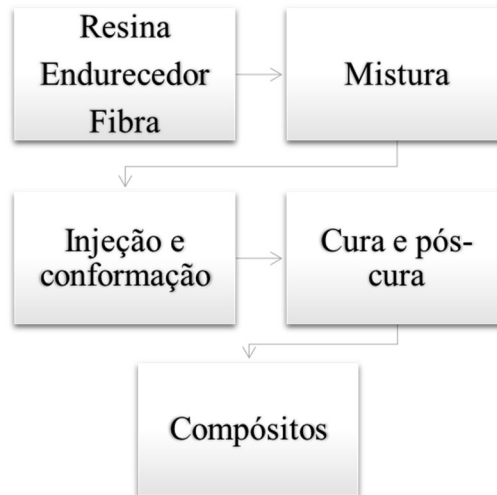
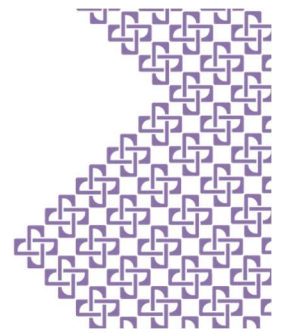


Imagem 4 – Fluxograma de etapas de produção.

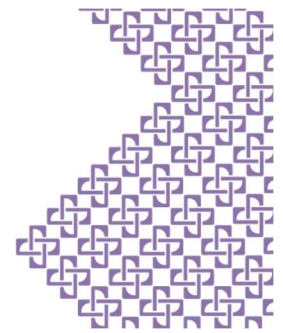
Na **Tabela 1** são fornecidos os dados de cada composição dos compósitos produzidos. O tempo de gel das formulações foi calculado de acordo com o catálogo do fabricante que estima de 30 a 35 minutos para uma quantidade de 100g de resina epóxi. No total, o procedimento experimental produziu 20 corpos de prova (CP'S), cinco para cada formulação, conforme a tabela 1.

Composição dos compósitos.

Resina e compósitos	Resina (g)	Endurecedor (g)	Fibra de Açai (g)
RC	50	6,4	0
C10	50	6,4	5
C20	50	6,4	10
C30	50	6,4	15

Tabela 1 – Formulações dos compósitos.

O ensaio mecânico de resistência à flexão foi realizado segundo a norma ASTM D790 – 10. O aparelho utilizado para tal foi a máquina de ensaio universal EMIC modelo DL-30000. A determinação da massa específica dos materiais foi realizada com auxílio de picnômetros. O procedimento foi realizado em temperatura de 27 °C, consistindo na aferição de três massas e na determinação numérica da densidade. As massas obtidas foram referentes à massa das amostras de pequenos pedaços dos CP'S(m0), massa do picnômetro contendo água destilada (mi), e a massa do



sistema picnômetro(mf), água e amostra [26], todas com auxílio de uma balança do tipo AAKER modelo AY220. A absorção de água dos materiais, procedimento realizado no intervalo de 16 a 27 °C levou em consideração o valor de duas massas, a massa seca(m_0), aferida após as amostras serem estufadas por 24 horas em temperatura de 50°C, e a massa úmida(m_f), obtida posteriormente à etapa de submersão por 24 horas em água destilada, com as amostras devidamente enxutas [2]. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura Phenom Pro (Eindhoven, Holanda) conduzida a 10 kV. O ensaio térmico dos compósitos foi conduzido sob atmosfera de ar sintético em equipamento SDT Q600 da TA instrumentos com amostras de massas de $10,82 \pm 0,79$ g, em intervalo de temperaturas de 25 a 800 °C, e a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

Resultados e discussão

O estado final dos compósitos produzidos é mostrado na **Imagem 6, (e)**. O molde não se adequou perfeitamente para produção dos compósitos e proporcionou vazamentos **(a)** e **(b)**, irregularidades dimensionais **(c)**, variações de espessuras e o aparecimento de cavidades nos materiais **(d)**.

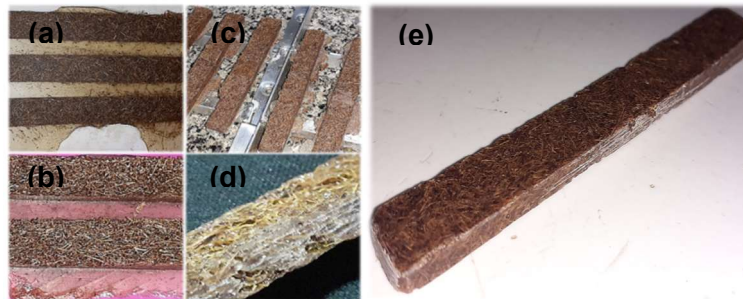


Imagem 6 – Compósitos produzidos. Vazamentos (a) e (b), imperfeições dimensões (c), cavidades (d), compósito final (e).

Os compósitos apresentaram redução de resistência em relação à resina, decorrente do fato de que a resistência das fibras é baixa quando comparada à da resina [17], **Imagem 7**. Comportamento semelhante devido a adição das fibras de açaí já foi observado em outros trabalhos [15] e [11], que a utilizavam como reforço para matriz de resina poliéster insaturado. Apesar disso, também é possível verificar certa tendência ao crescimento de resistência entre C10, C20 e C30, assim como observado em outra obra [20] para compósitos de resina epóxi e fibra de cânhamo, em que ocorreu aumento de resistência devido ao enriquecimento da quantidade de fibra inserida. A análise de variância (ANOVA) das resistências, valor de F-calculado foi inferior ao valor F-crítico ($F_{cal.} < F_{crí.}$), demonstrou equivalência estatística das resistências.

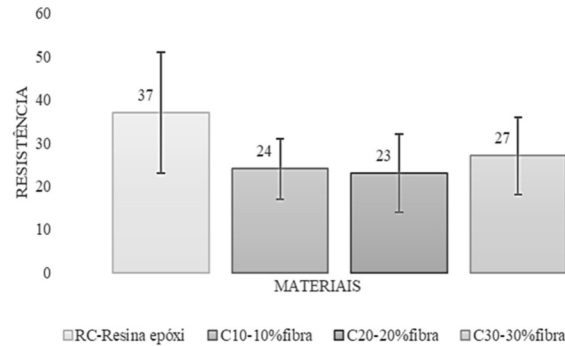
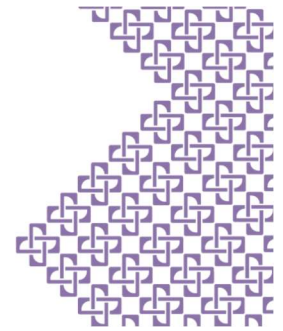


Imagem 7 – Resistência à flexão dos compósitos.

A massa específica da resina, **Imagem 8 (a)**, aparentemente não sofreu significativa alteração com a implementação das fibras de açaí e ressaltou uma das principais vantagens em trabalhar com fibras vegetais, a leveza [7].

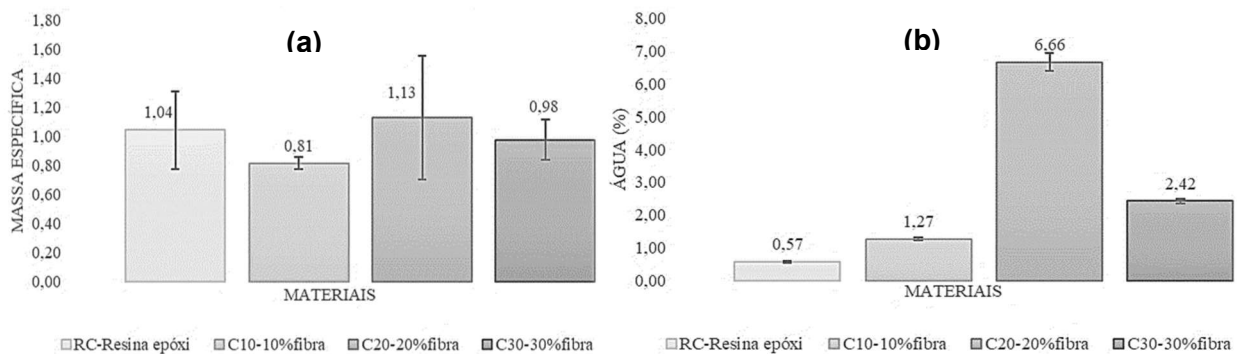


Imagem 8 – Massa específica (a) e absorção de água em 24 horas (b).

Segundo a ANOVA, todos os valores obtidos de densidade em **Imagem 8 (a)** foram estatisticamente iguais ($0,8 < 4,1$). Já em relação à capacidade de absorção de água, **Imagem 8 (b)**, foi possível observar que a quantidade absorvida aumentou com o incremento da quantidade das fibras inseridas, isso devido ao caráter polar apresentado pelas fibras de açaí [6]. A análise de variância mostrou que as quantidades absorvidas foram estatisticamente diferentes ($1037,4 > 4,1$) e o teste *t* confirmou que a absorção dos compósitos foram todas superiores à da resina.

A **Imagem 9** demonstrou as características da região de fratura dos materiais assim como o comportamento térmico deles. Em **(a) e (c)** foi possível verificar que as superfícies da resina e dos compósitos apresentaram aspectos de fratura frágil, como a propagação rápida de trincas e a superfície lisa. Em **(c) e (d)** percebe-se a presença de vazios ou cavidades, marcas ondulatórias, sinais de ruptura das fibras, e a presença do mecanismo de *pull-out* que evidencia uma fraca adesão entre fases nas respectivas regiões [21]; [1]; [24].

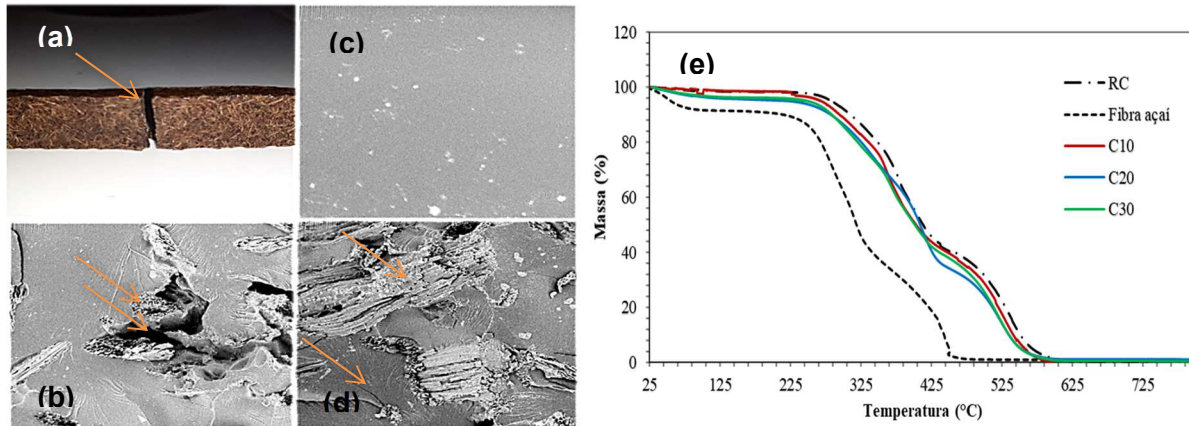
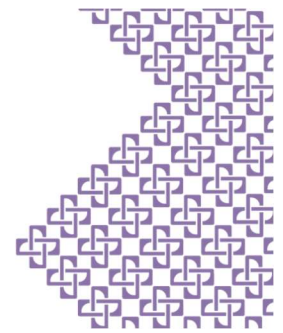
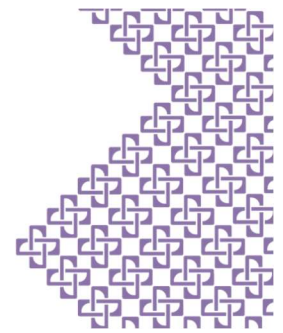


Imagem 9 – Fotografia da região de fratura (a), Microscopia de varredura (MEV) dos materiais (b), (c) e (d); (e) análise termogravimétrica (TGA) dos materiais.

Já em (e), as curvas de perda de massa mostraram que as fibras de açai, a resina e os compósitos apresentam uma frequência maior de eventos térmicos em três faixas de temperaturas. A primeira delas ocorreu entre 25 e 100 °C corresponde à perda de umidade residual presente nos compósitos, nas fibras, e na resina em razão da umidade local e/ou do caráter higroscópico das fibras de açai. Na segunda, que ocorreu aproximadamente a partir de 225 °C até 425 °C é onde começa a degradação dos materiais e pode ser relacionada ao início da degradação da fibra de açai, ocorrendo decomposição da hemicelulose e o rompimento das ligações da celulose, aliados possivelmente à evaporação do endurecedor. A terceira e última faixa para as fibras ocorreu antes dos 425 °C, entre 325 e 425 °C, revelando e comprovando a menor estabilidade térmica delas em comparação aos demais materiais, que apresentaram uma terceira faixa de temperatura acima dos 425 °C, quando possivelmente ocorreu a degradação final da celulose e da lignina em conjunto com a reação final de degradação da cadeia molecular termorrígida da resina [11]; [13]; [16]; [23]; [28].

Conclusão

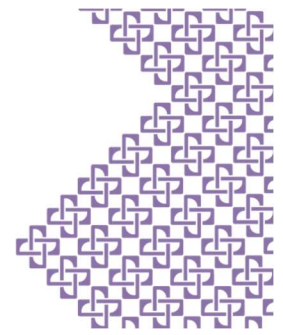
Como visto a obtenção de compósitos de resina epóxi e fibra de açai foi alcançada com sucesso. A resistência à flexão dos compósitos foi inferior à da resina, porém é comparável à resistência de outros compósitos de matriz epóxi e material vegetal. A massa específica dos materiais produzidos ficou bem próxima daquela determinada para a resina e mostrou que a adição das fibras de açai não provocou aumento significativo de densidade. A absorção de água da resina foi condizente com seu caráter hidrofóbico, entretanto, os compósitos apresentaram uma absorção de água maior do que a da resina devido ao caráter hidrofílico das fibras de açai. A microscopia da região de fratura dos compósitos evidenciou a presença de cavidades, a retirada parcial das fibras da matriz, e sinais de fratura frágil. A ligação entre as fases foi considerada razoável em razão de que em certas regiões houve ruptura da fibra e não a retirada total ou parcial. Vale ressaltar que os vazios vistos



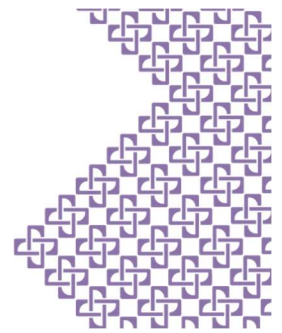
nas fotomicrografias eram locais propícios à contenção de certas quantidades de água e assim influenciarem nos resultados físicos, como por exemplo no resultado peculiar de absorção de água de C20, mas também podiam provocar rupturas antes do esperado no ensaio mecânico, uma vez que eles podem agir como concentradores de tensão. A estabilidade térmica dos compósitos foi intermediária entre a da fibra de açaí e da resina. A resina epóxi demonstrou a maior resistência térmica e a fibra de açaí a menor. Sendo assim, a fibra residual das sementes de açaí se apresentou útil para produção de compósitos poliméricos devido aos resultados obtidos e apresentados, e por reduzir o consumo de resina epóxi de acordo com o aumento do número de fibra inserida na matriz.

Referências

1. BARBOSA, K. S. L. Incorporação de fibras curtas de bambu (*bambusa vulgaris*) e resíduo industrial de caulim em compósitos de matriz polimérica: resistência à tração e fractografia. 2018. 72 f. Universidade federal do Pará, 2018.
2. BECKER, D. et al. Influência da sequência de mistura do PP-MA nas propriedades dos compósitos de pp e fibra de bananeira. *Polimeros*, v. 21, n. 1, p. 7–12, 2011.
3. BLEZKI, A. K.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibers. *Progress in polymer science*, v. 24, n. 2, p. 221–279, 1999.
4. BRASIL. Política Nacional de Resíduos Sólidos: PNRS. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm>.
5. CALLISTER JR., William D.; RETHWISCH, David G. *Ciência e Engenharia de materiais: Uma Introdução*. 9a ed. Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora Ltda, 2016.
6. COSTA, D. S. DA. Estudo da influência de resíduos gerados pela indústria de mineração nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras naturais. 2016. 229 f. Universidade federal do Pará, 2016.
7. DA SILVA, I. L. A. *Propriedades e Estrutura de Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras Contínuas de Juta*. 2014. 110 f. UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE, 2014. Disponível em: <http://uenf.br/posgraduacao/engenharia-de-materiais/wp-content/uploads/sites/2/2013/07/Tese-de-Doutorado_Isabela-Leao.pdf>.
8. ELLIS (ED.), Bryan. *Chemistry and Technology of Epoxy Resins*. 1a ed. [S.l.]: Springer Netherlands, 1993.
9. FRANCO, F. J. P. Aproveitamento da fibra do epicarpo do coco babaçu em compósitos com matriz de epóxi: Estudo do tratamento da fibra. 2010. 77 f. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2010.



10. GAY, Daniel. Composite Materials: Design and Applications. third ed. Boca Raton: CRC press, 2014.
11. GEHLEN, L. R. Efeito da utilização de fibras lignocelulósicas (açai e curauá) em compósitos com matriz de resina poliéster insaturado. 2014. 104 f. Universidade Federal do Paraná, 2014. Disponível em: <<http://www.pipe.ufpr.br/portal/defesas/dissertacao/273.pdf>>.
12. JEYAPRAGASH, R.; SRINIVASAN, V.; SATHIYAMURTHY, S. Mechanical properties of natural fiber/particulate reinforced epoxy composites - A review of the literature. Materials Today: Proceedings, v. 22, n. xxxx, p. 1223–1227, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.12.146>>.
13. KOREEDA, T. Caracterização termoanalítica e estudo de cura de compósito de resina epóxi e mica com propriedades elétricas isolantes aplicado em máquinas hidrogeradoras. 2011. 122 f. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.
14. LEVY NETO, F.; PARDINI, L. C. Compósitos estruturais: ciência e tecnologia. 2a edição ed. São Paulo: Editora Edgar Blucher Ltda., 2016.
15. LUZ, L.M.C. et al. Comportamento mecânico sob flexão e impacto de compósitos de matriz polimérica e fibra de açai. In: CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 21., 09 a 13 de novembro de 2014, Cuiabá, MT, Brasil. disponível em: <<http://www.metallum.com.br/21cbecimat/CD/PDF/204-122.pdf>>
16. MARTINS, M. A.; MATTOSO, L. H. C.; PESSOA, J. D. C. Comportamento térmico e caracterização morfológica das fibras de mesocarpo e caroço do açai (Euterpe oleracea Mart.). Revista Brasileira de Fruticultura, v. 31, n. 4, p. 1150–1157, 2009.
17. MAZUMDAR, S. Composites Manufacturing: Materials, Product, and Process Engineering. 1st. ed. Boca Raton: CRC Press, 2001.
18. MESQUITA, A.L. Estudos de Processos de Extração e Caracterização de Fibras do Fruto do Açai (Euterpe Oleracea Mart.) da Amazônia para Produção de Eco painel de Partículas Homogêneas de Média Densidade. 2013. 189 f. Universidade Federal do Pará, 2013. Disponível em: <<http://proderna.propesp.ufpa.br/ARQUIVOS/teses/Antonio.pdf>>.
19. MIRANDA, L. de V. A. Descarte e Destinação dos caroços de açai em Macapá e Santana AP. 2018. 50 f. Universidade federal do Amapá, 2018. Disponível em: <<http://repositorio.unifap.br:80/jspui/handle/123456789/213>>.
20. NEVES, A. C. C. et al. Comparative mechanical properties between biocomposites of Epoxy and polyester matrices reinforced by hemp fiber. Journal of Materials Research and Technology, Volume 9, Issue 2, 2020,



- Pages 1296-1304. disponível em:
<<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.11.056>>
21. PIRES, E. N. et al. Efeito do Tratamento Alcalino de Fibras de Juta no Comportamento Mecânico de Compósitos de Matriz Epóxi. *Polimeros*, v. 22, n. 4, p. 339–344, 2012.
 22. PIRES, E. N. et al. Efeito do Tratamento Alcalino de Fibras de Juta no Comportamento Mecânico de Compósitos de Matriz Epóxi. Universidade Federal de Santa Catarina, 2009. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/93192>
 23. QUIRINO, M. G. Estudo de matriz polimérica produzida com resina natural e fibra da semente de açaí (*Euterpe precatória*). 2010. 156 f. Universidade Federal do Amazonas, 2010. Disponível em: <<https://tede.ufam.edu.br/handle/tede/3472>>.
 24. RAZERA, I. A. T. Fibras lignocelulósicas como agente de reforço de compósitos de matriz fenólica e lignofenólica. 2006. 1–166 f. Universidade de São Paulo, 2006.
 25. RODRIGUES, Maria Regina Alves. Estudo da reação de cura da resina epoxi (araldit f) com anidrido ftálico e trietilamina como iniciador. 1992. 112 f. Universidade Federal do Rio grande do Sul, 1992. Disponível em: <<https://lume.ufrgs.br/handle/10183/27640>>.
 26. SANCHEZ, El. M.S. et al. Compósito de resina de poliéster insaturado com bagaço de cana-de-açúcar: Influência do tratamento das fibras nas propriedades. *Polimeros*, v. 20, n. 3, p. 194–200, 2010.
 27. SILVA, R. et al. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos. *Química Nova*, v. 32, n. 3, p. 661–671, 2009.
 28. ZHAN, Z.; ZHANG, Y.; ZHANG, Y. Improving the flame retardancy and electrical conductivity of epoxy resin composites by multifunctional phosphorus-containing polyaniline. *Materials Letters*, v. 261, p. 127092, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.127092>>.