

3

Material e Métodos

3.1 Material

Nesta fase do trabalho é importante esclarecer a respeito dos materiais que foram fabricados, para completo entendimento desta pesquisa. O objetivo principal é analisar a viabilidade de uso do compósito formado por resina de mamona e fibra de ubuçu, ou seja, um material oriundo de fontes vegetais. Por outro lado, para efeito de comparação, foi fabricado também um compósito com resina epóxi (por ser uma das mais utilizadas em compósitos) e fibra de ubuçu, visando comparar as propriedades mecânicas deste com o compósito principal deste trabalho. Desta forma, temos aqui três tipos de materiais compósitos pesquisados:

1. Compósito formado pela fibra de ubuçu e resina de mamona com proporção 1:1 dos componentes da matriz;
2. Compósito formado pela fibra de ubuçu e resina de mamona com proporção 2:1 dos componentes da matriz;
3. Compósito formado pela fibra de ubuçu e resina epóxi com a proporção resina/endurecedor recomendada pelo fabricante.

3.1.1 Fibra de ubuçu

A fibra utilizada nesse trabalho foi extraída da palmeira ubuçu (através de uma peconha¹⁷) pela população ribeirinha do Amapá, passando posteriormente por um processo de amaciamento, que consiste em nada mais do que lavar o invólucro em água corrente para retirar as impurezas. Este é, portanto, um processo totalmente ecológico, pois não gera resíduos químicos no meio ambiente. Portanto, para este trabalho a fibra foi recebida na forma do invólucro

¹⁷ Peconha: Ligas de embira em que se prendem os pés para subir às árvores sem galhos. Dicionário Michaelis.

(saco) *in natura*, medindo em média, 60 cm de comprimento e 12 cm de largura (Figura 36).

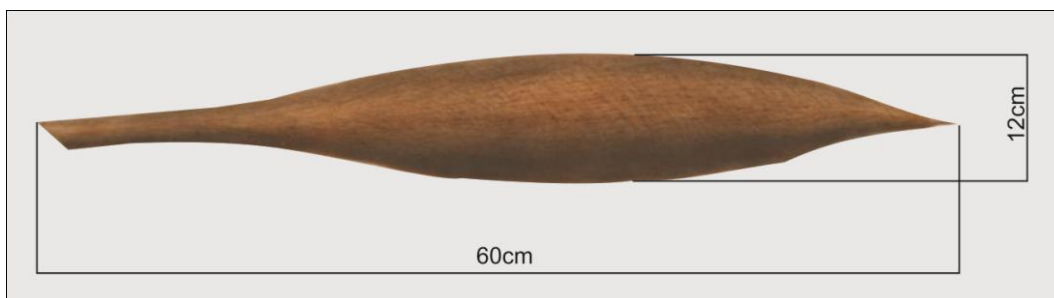


Figura 36 – Folha de ubuçu coletada neste estudo e suas dimensões aproximadas

O material foi coletado em setembro de 2008, na cidade de Macapá, localizada a 00°22'0'' de latitude, 51°03'59'' de longitude e 16 metros de altitude. O clima do município de Macapá é equatorial quente-úmido, com temperatura máxima de 32,6°C e a mínima de 20°C, e uma pluviometria de no máximo 3.000mm. Já o solo é classificado em lato solo amarelo nos terrenos terciários dendrítico-argilosos.

3.1.2 Resina de mamona

O poliuretano apresenta-se na forma bicomponente, constando de um polioli e um pré-polímero. O polioli foi sintetizado a partir do óleo de mamona. O pré-polímero foi sintetizado a partir do difenilmetano diisocianato (MDI) e pré-polymerizado com um polioli, também derivado de óleo de mamona.

A empresa ZORITE – Resinas Ecológicas, situada na cidade do Rio de Janeiro, é revendedora da empresa POLIVEG, que forneceu o pré-polímero e o polioli, sendo o poliuretano preparado, misturando-se esses dois componentes. Foram utilizadas duas relações para a mistura dos componentes, ou seja, 1:1 e 2:1 (polioli e pré-polímero, respectivamente). A proporção 1:1 é comumente utilizada na preparação da resina. Já a proporção 2:1 foi utilizada visando analisar o comportamento da resina de natureza mais flexível na fabricação do compósito, semelhante ao proposto por BOYNARD et al., (1997) para modificar as

propriedades de uma resina de mamona. A mistura dos componentes foi realizada à temperatura ambiente. De acordo com o fabricante os dados técnicos do poliuretano são:

Densidade: 900 Kg/m³

Resistência à Impacto: 2,36 kJ/m²

Tensão de Flexão: 19,1 x 10⁻⁶ MPa (19,1N/m²)

Resistência à Tração: 12,9 x 10⁻⁶ MPa (12,9N/m²)

Alongamento de Ruptura: 30%

Dureza Shore (ASTM D2240): 70 a 80

A preparação do poliuretano com a mistura dos dois componentes, poliol e pré-polímero, e relações de 1:1 e 2:1 em massa se deu da seguinte forma: primeiramente pesou-se as quantidades de cada componente em balança digital com precisão de 0,001g; em seguida os componentes foram misturados (em misturador), por três minutos, com velocidade de rotação baixa (30 rpm), a fim de evitar bolhas. Esta mistura era ao final, espalhada nas folhas de fibra de ubuçu a serem prensadas.

3.1.3 Resina epóxi

A resina epóxi utilizada neste trabalho foi adquirida na Empresa FYBERCOM RIO – Comércio e Representação LTDA. A resina epóxi é um termofixo bastante utilizado na confecção de materiais compósitos por apresentar ótima resistência química, boas propriedades térmicas e baixa retração de volume na cura. Como limitações para o uso deste termofixo podem ser citadas: longos ciclos de cura, melhores propriedades obtidas apenas com cura a elevadas temperaturas e irritante à pele (MURPHY, 1998).

Os dados técnicos fornecidos pelo fabricante da resina epóxi utilizada neste trabalho são: viscosidade (mPa s): alta (3000 ou mais); taxa de cura: lenta; tempo de gel: 10 min; conversão até gelatinização: maior que 50%; contração (%volume): 1 – 6; velocidade de processo: 7 – 10 cm/minuto.

A mistura usada para preparação da resina epóxi foi a seguinte: 100 partes de resina para 12 partes do endurecedor (com índice de amina de 580 mgKOH/g, referência 2963) , de acordo com recomendações do fabricante.

3.2 Procedimento experimental

Primeiramente serão expostos os procedimentos experimentais da parte de caracterização da fibra de ubuçu. Feito isto, serão explicados posteriormente os procedimentos experimentais aplicados aos compósitos ora fabricados.

3.2.1 Ensaios para caracterização da fibra de ubuçu

3.2.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV/EDS)

A caracterização morfológica da fibra foi feita por microscopia eletrônica de varredura (MEV), acoplada ao EDS. Foram observadas as duas faces da amostra (interna e externa) e as imagens foram obtidas através de elétrons secundários, pois de todos os sinais do MEV, este é o mais usado por fornecer maior resolução, grande profundidade de campo, impressão tridimensional e fácil interpretação. Nessa análise foi utilizada uma tensão de aceleração do feixe de elétrons de 15 – 20kV. Regiões específicas das fibras foram analisadas por EDS, para determinar os elementos presentes. Para esta análise, foram cortadas amostras da fibra de ubuçu nas dimensões 1cm². As amostras foram recobertas com ouro (Au). As análises no MEV foram feitas com voltagem de aceleração do feixe de elétrons de 15-20 kV, usando-se os detectores de elétrons secundários (SE) e retroespalhados. A Figura 37 ilustra o detalhe do equipamento utilizado (porta-amostra).



Figura 37 – Câmara de amostras do MEV aberta

3.2.1.2 Difração de Raios X

A determinação do índice de cristalinidade e a caracterização estrutural da fibra foram realizadas por difração de raios X (método de pó). Foi usado um difratômetro *Siemens D5000*, sendo feita uma varredura entre 5° a 80°, com passo de 0,02°, tensão de 40kV, corrente de 30 mA e tubo de cobre ($\lambda = 1,5406\text{\AA}$). O índice de cristalinidade da fibra (%IC) foi calculado através da seguinte equação (LIMA, 2005):

$$\%IC = A_c / (A_c + A_a) \quad (1)$$

onde, A_a é a área abaixo da linha da região amorfa e A_c é a área remanescente abaixo dos picos cristalinos. Para obtenção do resultado foi realizado o cálculo dividindo-se a área remanescente abaixo dos picos cristalinos pela área total do difratograma. No anexo A, encontra-se o difratograma com a definição das áreas e descrição dos cálculos.

Para realizar a análise de difração de raios X, a fibra foi previamente moída até obter-se um pó fino. A determinação da granulometria desse pó não foi realizada.

3.2.1.3 Análise Termogravimétrica (TGA)

Análises termogravimétricas (TGA) foram feitas utilizando-se um equipamento *Perkin Elmer*, TGA-7. As análises foram realizadas usando-se diversas taxas de aquecimento, a saber, 5, 10, 15, 20, 30, 40 e 50°C min⁻¹, com o objetivo de avaliar a energia de ativação do processo de degradação da fibra. Essa avaliação foi feita empregando-se o método de Kissinger (KISSINGER, 1957), conforme descrito a seguir.

COSTA et al., (1999) mostram que todo estudo cinético é descrito pela equação básica que relaciona a taxa de conversão de reação $d\alpha/dt$, em função da concentração de um dos reagentes $g(\alpha)$ por meio da constante de velocidade k , à temperatura constante, como descrito a seguir:

$$\frac{d\alpha}{dt} = k \cdot g(\alpha) \quad (2)$$

Como aqui a força motriz é a temperatura, esta é introduzida através da equação de Arrhenius. Na equação de Arrhenius é feita a determinação da constante de velocidade $k = A \exp(E/RT)$, onde E é a energia de ativação, R a constante dos gases, T a temperatura absoluta, e A o fator pré-exponencial. Assim a velocidade da reação aumenta exponencialmente com a temperatura.

Substituindo k em (2) segundo a equação de Arrhenius, obtém-se:

$$\frac{d\alpha}{dt} = A \cdot \exp(E/RT) \cdot g(\alpha) \quad (3)$$

Para sistemas termorrígidos que obedecem a cinética de reação de cura de ordem n , a taxa de conversão é função do consumo do reagente. Assumindo-se que $g(\alpha) = (1-\alpha) \cdot n$, onde α é a concentração fracionária dos reagentes consumidos no tempo t , denominado também grau de conversão:

$$\frac{d\alpha}{dt} = A \cdot \exp(-E/RT) \cdot (1 - \alpha) \cdot n \quad (4)$$

Considerando-se o grau de conversão, α , proporcional ao calor envolvido, e assumindo a dependência da temperatura com a equação de Arrhenius, a equação (3) torna-se a base para os métodos cinéticos dinâmicos que utilizam múltiplas varreduras, como o método de Kissinger (KISSINGER, 1957), que relaciona a temperatura máxima do pico da reação de cura do sistema com a velocidade de aquecimento.

O método de Kissinger (MIRANDA et al., 1997) utiliza parâmetros termodinâmicos obtidos de termogramas de DSC e TGA de amostras avaliadas em diferentes velocidades de aquecimento. A equação de Kissinger baseia-se na segunda derivada da equação $da/dt = A \cdot \exp(-E/RT) \cdot (1-\alpha) \cdot n$ com relação à temperatura. Supondo ser verdadeira a relação $da/dt = (da/dT) \cdot (dT/dt) = (da/dT) \cdot \phi$, onde $\phi = dT/dt$ é a velocidade de aquecimento, tem-se:

$$\frac{d\alpha}{dT} = \left(\frac{A}{\phi}\right) \cdot \exp(-E/RT) \cdot (1 - \alpha) \cdot n \quad (5)$$

Derivando-se (4) em relação à temperatura, obtém-se:

$$\frac{d^2\alpha}{dT^2} = \left(\frac{d\alpha}{dT}\right) \cdot \left[\frac{E}{RT^2} - \left(\frac{d\alpha}{dT}\right) \cdot n/(1 - \alpha)\right] \quad (6)$$

Considerando-se que a derivada é igual a zero no ponto máximo do pico da reação de cura no termograma de TGA, ou na temperatura máxima da reação de cura, T_{max} , é o α_c nesta T , tem-se:

$$\frac{E}{RT_{max}^2} = \left(\frac{d\alpha}{dT}\right)_{max} \cdot [n/(1 - \alpha_c)] \quad (7)$$

Se $T_{max} = (d\alpha/dT)_{max}$ e α_c são medidos e n é conhecido, então a energia de ativação pode ser calculada. Combinando-se (4) e (5) e rearranjando tem-se:

$$\frac{A}{\phi} \cdot \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \cdot n(1 - \alpha_c)n - 1 = E/(RT_{max}^2) \quad (8)$$

O produto $n(1 - \alpha_c)^{n-1}$ é dependente de ϕ , porém pode ser próximo da unidade. Assim (8) pode ser simplificada:

$$\frac{A}{\phi} \cdot \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) = E/(RT_{max}^2) \quad (9)$$

Obtendo-se o logaritmo desta equação e diferenciando-a em função de T , tem-se:

$$\ln\left(\frac{\phi}{T_{max}^2}\right) = -\left(\frac{E}{R}\right)(1/T_{max}) \quad (10)$$

Assim, o método de Kissinger fornece o valor de energia de ativação, E , obtida a partir do gráfico de $\ln(\phi/T_{max}^2)$ versus $1/T_{max}$ para uma série de varreduras a diferentes taxas de aquecimento, ϕ , onde $-E/R$ corresponde a inclinação da reta.

As análises de TGA foram conduzidas em atmosfera de N₂, da temperatura ambiente até 800° C, em porta amostra de platina e sob um fluxo de gás de 20 mL/min. A taxa de ruído foi de 0,4 pts e a massa de cada amostra foi de aproximadamente 5 mg.

Para realizar a análise termogravimétrica, foi usada a fibra previamente moída, conforme já reportado no item 3.2.1.2.

Este ensaio foi realizado no Laboratório de Compósitos da Escola de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ.

3.2.1.4 Densidade aparente em relação à água

O cálculo da densidade aparente em relação à água destilada foi realizado utilizando-se um picnômetro e uma balança digital com precisão de $\pm 0,0001$ g. Primeiramente fez-se a tara da balança digital com o picnômetro vazio, depois se pesou a massa da fibra no picnômetro e posteriormente a massa da água no picnômetro. Depois foi medida a massa do conjunto picnômetro/sólido/água destilada, obtendo-se assim, a densidade aparente da fibra em relação à água.

A expressão para o cálculo da densidade relativa (ds) da fibra em função da densidade da água é dada por:

$$ds = \frac{\rho_s}{\rho_{\text{água}}} = \frac{m_2 - m_1}{(m_4 - m_1) - (m_3 - m_2)} \quad (11)$$

$$\rho_s = ds \cdot \rho_{\text{água}} \quad (12)$$

Onde:

m_1 = massa do picnômetro vazio;

m_2 = massa do picnômetro com a fibra;

m_3 = massa do picnômetro com fibra + água;

m_4 = massa do picnômetro com água.

Como a balança foi tarada com o picnômetro, o cálculo foi realizado considerando que a massa do picnômetro vazio era igual a zero. Para levantar a densidade foi utilizado um picnômetro de 25 ml.

Este ensaio foi realizado no Laboratório de Compósitos da Escola de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ.

3.2.1.5 Análise Térmica - Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

De acordo com MOTHÉ & AZEVEDO (2009), o DSC pode proporcionar informações sobre caracterização e medidas específicas, tais como: transição vítrea, temperatura e tempo de cristalização, ponto de fusão, calor específico, oxidação, pureza, estabilidade térmica, ponto de ebulição, grau de cura, cinética de reação e outras.

As análises de calorimetria exploratória diferencial para as amostras de fibra de ubuçu foram feitas em um aparelho *Perkin-Elmer*, modelo PYRIS Diamond DSC, nas seguintes condições:

Massa da amostra: 3,601 mg;

Faixa de Temperatura: -18 a 400°C;

Atmosfera: Nitrogênio;

Razão de Aquecimento: 10°C min⁻¹;

Vazão de Gás: 20 mL min⁻¹;

Porta amostra: panela normal de alumínio.

Como o DSC permite determinações quantitativas, a área dos picos está relacionada com a energia envolvida no processo. Para tal, utilizam-se padrões para calibração do equipamento. Estes padrões apresentam variação de entalpia conhecida, normalmente de fusão, e a área do pico deste processo é comparada com a área do pico apresentado pela amostra. Neste ensaio o metal Índio foi utilizado como padrão de referência na calibração da temperatura, da energia e das constantes físicas relacionadas com estes parâmetros.

As amostras foram cortadas em quadrados de 0,5 cm². Os procedimentos adotados durante o ensaio de DSC foram os seguintes: Primeiramente manteve-se a temperatura por 1 min a -18°C, em seguida realizou-se uma corrida de -18 a

400°C a 10°C por minuto, manteve-se a temperatura por 1min a 400°C, posteriormente resfriou-se a amostra de 400°C até -18°C a 300°C por minuto mantendo-se essa temperatura por 15min e finalmente a temperatura foi elevada de -18°C° até 400°C a 10°C/min. A Figura 38 ilustra o equipamento utilizado nesta análise.



Figura 38 – Equipamento de DSC utilizado e detalhe

A análise de Calorimetria Diferencial Exploratória – DSC foi realizada no Laboratório de Compósitos da Escola de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ.

3.2.1.6 Espectroscopia na Região do Infravermelho

A fibra de ubuçu pode ser considerada um polímero natural constituído basicamente por celulose, hemicelulose e lignina. Segundo WINANDY & ROWELL (1984) esses constituintes contribuem diferentemente entre si para a resistência mecânica. A celulose é primariamente responsável pela resistência das fibras, por seu alto grau de polimerização e orientação linear. A hemicelulose atua como matriz para a celulose e aumenta a densidade de empacotamento da parede da célula. A lignina não somente mantém as fibras juntas, mas, também, atua como agente enrijecedor para as moléculas de celulose dentro da parede da fibra. O conhecimento da estrutura interna das fibras lignocelulósicas e da sua

composição química é importante para compreensão da influência da fibra nas características de um compósito e também na escolha dos tratamentos químicos e físicos que podem ser aplicados às fibras. A técnica de FTIR permite identificar os componentes e estrutura das fibras vegetais.

Foi utilizado um espectrômetro *Perkin-Elmer*, modelo 1720, na faixa de 4000 cm^{-1} a 500 cm^{-1} , à temperatura ambiente, usando célula de KBr. Como este método exige tamanho de partícula pequeno para que haja uma distribuição uniforme na pastilha, as fibras foram moídas, secas em estufa e prensadas em pastilhas de KBr (1mg amostra/100 mg KBr). A fibra foi analisada como recebida, ou seja, não foi realizado qualquer tratamento de superfície visando melhorar sua aderência com a resina.

As análises de FTIR para a fibra de ubuçu foram realizadas na Universidade Federal do Rio de Janeiro, Laboratório de Compósitos da Escola de Química.

3.2.1.7 Ensaio de gramatura

Antes dos ensaios de tração foi realizado o ensaio da gramatura do tecido de ubuçu, que consiste em determinar a massa por unidade de comprimento e pode ser representada em termos de gramas por metro quadrado (g/m^2) ou gramas/metro linear (g/m).

Para o cálculo da gramatura da fibra de ubuçu (tecido), foi utilizada a Norma NBR 12.984 – Determinação da gramatura de não-tecidos. A aparelhagem utilizada foi uma régua calibrada (paquímetro) com precisão de 0,05 mm e uma balança digital com precisão de 0,0001g. O ensaio de gramatura consiste no corte de cinco corpos de prova com área de um decímetro quadrado (área superficial de $0,01\text{m}^2$) que são pesados em balança digital com precisão de 0,0001g (capacidade máxima de 4000g e mínima de 0,5g).

A partir dos valores de massa (m) e da área superficial (A em m^2) de cada amostra, foram determinadas as gramaturas (G) por meio da equação (13):

$$G=m/A \quad (13)$$

3.2.1.8 Ensaio de tração na fibra

O ensaio de tração das fibras de ubuçu foi realizado em uma Máquina de Ensaio Universal INSTRON, modelo – 5569. A Norma adotada foi a ASTM D5034 (Determinação da resistência à ruptura e alongamento em tecidos – Carga de ruptura e alongamento). A velocidade de ensaio adotada foi de 5 mm/min e o carregamento foi contínuo até a ruptura dos corpos-de-prova. Foram usadas garras pneumáticas indicadas ao ensaio de tração de filmes e fibras.

As dimensões das amostras da fibra de ubuçu foram de 195 x 100 mm, sendo o comprimento maior fixado em cada garra (inferior e superior). O comprimento útil a ser analisado no ensaio foi de aproximadamente 140 mm. Ao todo foram ensaiadas 10 amostras do tecido de ubuçu. A Figura 39 ilustra o detalhe das garras com um corpo de prova já fixado, podendo-se observar que apenas uma fração da largura da peça é agarrada, uma vez que, tal como recomendado na norma, as garras são de 25,4 mm de largura e 50,8 mm de comprimento. A Figura 40 ilustra o corpo-de-prova utilizado e suas respectivas dimensões.

O ensaio de tração na fibra foi realizado no Instituto de Macromoléculas Professora Eloísa Mano – IMA pertencente à Universidade Federal do Rio de Janeiro.



Figura 39 – Detalhe das garras pneumáticas com o corpo-de-prova



Figura 40 – Corpo de prova utilizado no ensaio de tração

3.2.2 Fabricação do compósito e ensaios realizados

3.2.2.1 Metodologia de fabricação do compósito

O objetivo deste trabalho é analisar a viabilidade de fabricação do compósito de fibra de ubuçu com resina de mamona, utilizando para tanto, uma tecnologia acessível. Desta forma, optou-se por analisar a fibra em seu estado natural, ou seja, sem passar por estufa visando melhorar a interface resina/fibra (D'ALMEIDA, 2007). A fabricação das placas do compósito se deu utilizando a técnica de moldagem por compressão e envolveu as etapas descritas a seguir:

- a) Fabricação de um molde metálico no qual seriam prensadas as folhas de ubuçu embebidas na resina de mamona ou epóxi. As dimensões gerais do molde são: 200 x 150 x 5 mm (comprimento, largura e espessura interna). Para facilitar a desmoldagem o molde metálico foi revestido com folhas plásticas, evitando assim o uso de ceras e outros produtos desmoldantes. A Figura 41 ilustra o aspecto geral do molde, enquanto a Figura 42 ilustra o esquema técnico do molde usado.



Figura 41 – Molde metálico para fabricação do compósito

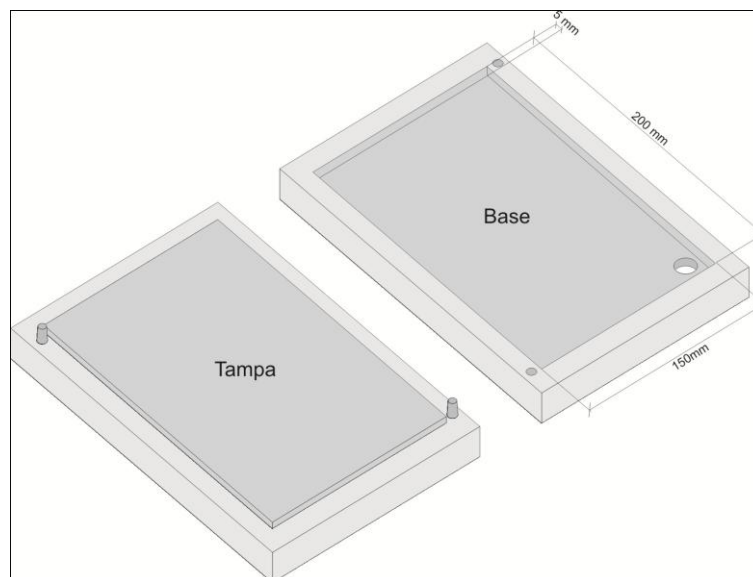


Figura 42 – Esquema técnico do molde metálico e suas respectivas dimensões internas (tampa e base)

- b) Visando um comportamento mais isotrópico do compósito, optou-se por trabalhar com folhas de fibras organizadas em duas direções, ou seja, 0 e 90°. Assim, respeitando-se o sentido preferencial das fibras, as folhas de ubuçu foram abertas e cortadas de acordo com as dimensões do molde metálico em que seriam prensadas (200 x 150 mm). A Figura 43 ilustra o esquema de corte das fibras de ubuçu e a Figura 44 ilustra as 7 folhas de ubuçu já cortadas, usadas para fabricar um compósito.

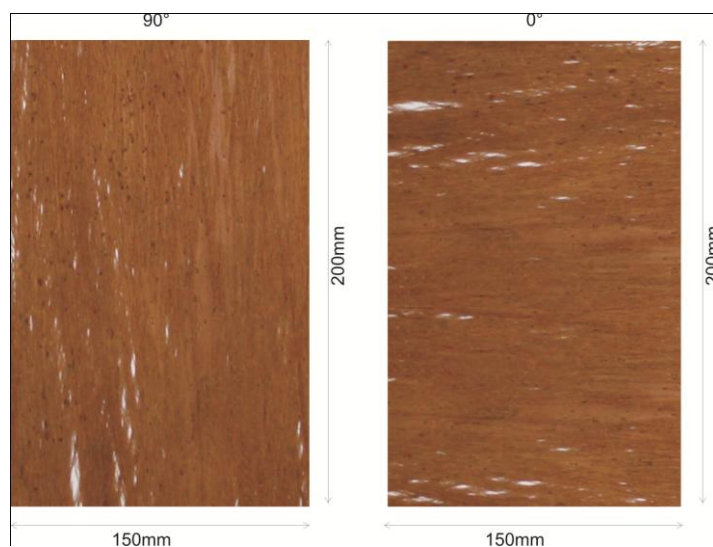


Figura 43 – Esquema de corte das folhas de ubuçu



Figura 44 – Folhas da ubuçu cortadas

- c) Após o corte das folhas, foi realizada a pesagem das fibras e da quantidade de resina (epóxi ou poliuretana) em balança digital com precisão de 0,001g. A Figura 45 ilustra o momento de pesagem das fibras.



Figura 45 – Pesagem das folhas de ubuçu

- d) Após a pesagem das fibras e da resina, foi feita a mistura dos componentes das respectivas resinas utilizadas neste trabalho, ou seja, resina de mamona (mistura do poliol com o pré-polímero) e resina epóxi (mistura da resina com o endurecedor). Assim, na fabricação da resina de mamona e epóxi, seus componentes foram pesados na balança e posteriormente misturados (no misturador) por três minutos. Logo após, a resina era vertida nas fibras de ubuçu previamente organizadas. Após as fibras serem embebidas na resina, suas folhas foram colocadas no molde respeitando a posição (0° e 90°). As resinas foram espalhadas nas fibras com a ajuda de um pincel de cerdas duras. A superfície à mostra no compósito é a parte externa da fibra.
- e) Com o compósito posto no molde, o mesmo foi posteriormente fechado e prensado com uma força de 6 ton. Todo o processo foi realizado à temperatura ambiente e a desmoldagem do compósito foi feita após um mínimo de 8h. A Figura 46 ilustra a o aspecto da placa obtida.



Figura 46 – Aspecto da placa de compósito

Os corpos de prova para os ensaios de flexão estática, compressão normal e paralela, abrasão, impacto e DMTA foram usinados a partir das placas de compósitos moldadas conforme a descrição acima.

Para fins de análise na melhoria da interface fibra/resina foi confeccionada também uma placa de compósito com fibras secas em estufa a 80°C por 20 min e utilizando-se a resina de mamona na proporção 1:1 de seus componentes. Este procedimento foi adotado visando à redução de umidade absorvida pela fibra e utilizou-se da mesma metodologia de fabricação de placas descrita anteriormente. É preciso frisar que a total eliminação da água é difícil, devido ao caráter hidrofílico das fibras, as quais apresentam estruturalmente ligações com moléculas de água. Assim, neste experimento, logo que as fibras foram retiradas da estufa, a resina de mamona foi passada rapidamente para minimizar nova absorção de umidade. Em seguida, o compósito foi colocado no molde. Após a fabricação desta placa, foram confeccionados corpos de prova para o ensaio de flexão em três pontos.

Para fabricação do compósito com fibra picada foi utilizada resina de mamona na proporção 1:1 e fibras de ubuçu picadas manualmente na dimensão aproximada de 5 mm. O procedimento adotado foi o seguinte: Mistura dos componentes da resina na proporção de 1:1; Mistura da resina de mamona com as fibras picadas em misturador com velocidade de 40 rpm; Colocação do compósito no molde metálico; Fechamento do molde e colocação na prensa hidráulica; Após 4 horas na prensa, retirada da placa do compósito. A fração volumétrica de fibras para todos os compósitos fabricados foi de 45%.

A fração volumétrica de fibras e matriz nos compósitos foi estimada a partir do volume dos componentes e do compósito, conforme as equações abaixo:

$$v = \frac{m}{d} \qquad Vf = vf/vf + vr \qquad (14)$$

onde m é a massa de resina ou da fibra, d a densidade da fibra ou da resina, vf o volume de fibra, vr é o volume de resina, por fim, Vf a fração de fibra no compósito.

3.2.2.2 Compressão Normal e Paralela

Para atender ao dimensionamento exigido pela NBR 7190 (ABNT, 1997) para os corpos de prova, foram coladas (utilizando-se as próprias resinas de cada

compósito) 04 placas de compósito, cada uma com espessura média de 5 mm, o que no total dava uma espessura de 20mm. Depois das placas coladas, o bloco foi cortado em serra de fita a fim de se obter as amostras a serem ensaiadas.

Os ensaios de compressão normal e paralela foram realizados em uma Máquina de Ensaio Universal EMIC, acoplada a uma célula de carga de 5 ton. Foi aplicado um carregamento contínuo até a ruptura dos corpos de prova, tendo-se adotado o deslocamento do cabeçote na taxa de 100 kgf/min, conforme recomendações da NBR 7190 (ABNT, 1997). Foram ensaiados um mínimo de 4 corpos de prova para cada tipo de ensaio, com dimensões de 20 x 30 x 50 mm (Figuras 47 e 48), sendo a maior dimensão na direção das fibras (OLIVEIRA, 2005).

Estes ensaios foram realizados no Laboratório de Caracterização de Materiais do CEPEL – Centro de Pesquisa de Energia Elétrica, da Eletrobrás, localizado na Ilha do Fundão.

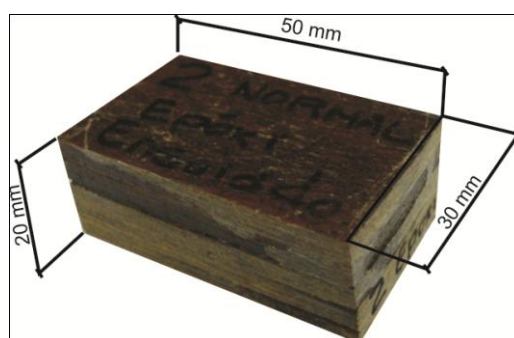


Figura 47 – Corpo de prova utilizado no ensaio de compressão normal

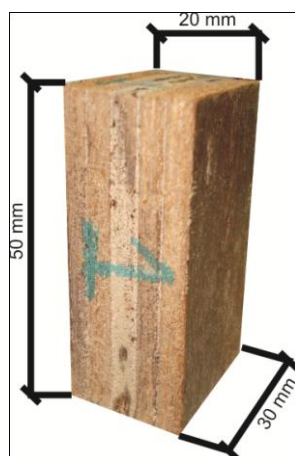


Figura 48 – Corpo de prova utilizado no ensaio de compressão paralela

3.2.2.3 Análise Térmica Dinâmico Mecânica (DMTA)

Para os ensaios de DMTA foram fabricados corpos de prova retangulares nas dimensões 30 x 8 x 3 mm, sendo o comprimento maior no sentido das fibras. Foram ensaiados um total de 6 unidades, 2 para cada tipo de compósito (2 para o compósito de resina de mamona na proporção 1:1, 2 para o compósito de mamona na proporção de 2:1 e 2 para o compósito de resina epóxi e fibras de ubuçu). O equipamento DMA utilizado para a análise foi um *Perkin Elmer 7E Dynamic Mechanical Analysis - DMA*, sendo o ensaio conduzido no modo de flexão em três pontos, com frequência fixa de 1Hz e taxa de aquecimento de 3°C/min. A faixa de temperatura utilizada foi de -20°C a 200°C. A Figura 49 ilustra o aspecto dos corpos de prova utilizados no ensaio de DMTA. Esse ensaio foi realizado no Laboratório de Compósitos da Escola de Química da UFRJ.



Figura 49 – Aspecto dos corpos de prova utilizados no ensaio de DMTA

3.2.2.4 Flexão estática

O ensaio de flexão dos compósitos foi realizado conforme as normas ASTM D790 (Resistência à Flexão e Módulo de Elasticidade em Flexão), em uma Máquina de Ensaio Universal INSTRON, modelo – 5569. A velocidade de ensaio adotada foi de 2,5 mm/min com carregamento contínuo até a ruptura dos corpos de prova.

Neste ensaio a razão entre a distância entre os apoios e a espessura do corpo de prova foi de 16, de modo a minimizar a componente da tensão de cisalhamento. Foram ensaiados um mínimo de 6 corpos de prova para cada tipo de

compósito analisado. O ensaio foi realizado à temperatura ambiente ($\cong 25^{\circ}\text{C}$), e utilizado o carregamento de três pontos. A Figura 50 ilustra o momento em que o corpo de prova estava fixado na máquina de ensaio. O ensaio foi realizado no Instituto de Macromoléculas Professora Eloísa Mano – IMA pertencente à Universidade Federal do Rio de Janeiro.

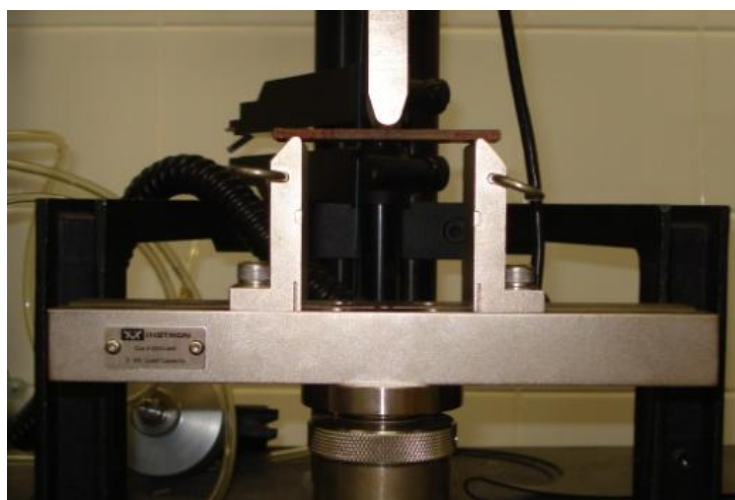


Figura 50 – Corpo de prova de flexão fixado à máquina de ensaio

3.2.2.5 Ensaio de abrasão

Um dos maiores objetivos deste trabalho é o de, em uma primeira análise, comprovar a viabilidade técnica e ecológica do uso de materiais alternativos na fabricação de pisos, especificamente, o compósito poliuretano de resina de mamona e fibra de ubuçu. É sabido que, para fabricar esse tipo de produto, são necessárias análises dando enfoque a outros parâmetros relacionados ao produto final tais como: a aceitação, preço, resistência do material (resistência à abrasão, compressão e flexão), estética e funcionalidade.

De fato, SILVA & BITTENCOURT (2002) afirmam que, no Brasil, muito se pesquisa sobre o desgaste abrasivo nos metais, mas em relação à madeira (um compósito natural), existe ainda um longo caminho a trilhar no estabelecimento de procedimentos, normas e caracterizações de materiais para finalidades específicas, como é a fabricação de pisos, por exemplo.

Assim, como nessa pesquisa pretende-se desenvolver um compósito de resina de mamona e fibra de ubuçu para produção de componentes (especificamente pisos e revestimentos) a serem utilizados em residências, o ensaio de abrasão é considerado essencial.

O ensaio de resistência à abrasão foi executado conforme as recomendações da Norma DIN 53 516 (1987), e consiste em determinar a resistência do material ao desgaste, em um abrasímetro, para um percurso estimado de 40 metros. Assim, no escopo desse trabalho, este ensaio simula o arraste de um determinado objeto sobre um piso acabado.

O ensaio de abrasão foi realizado no Laboratório de Compósitos da PUC Rio, com o emprego de um abrasímetro da marca Parabor, com lixa (grânulos de areia) número 180, com índice de ataque de 219,73 mg (correspondente a abrasividade da lixa). Neste ensaio, empregaram-se 3 repetições para cada material a ser ensaiado.

Para confecção dos corpos de prova, as placas de compósito foram coladas com seus respectivos adesivos, cortadas e prensadas em bloco de 4 x 4 x 4 cm, que foi posteriormente torneado (torno mecânico) até atingir a forma cilíndrica, com diâmetro de $16 \pm 0,2$ mm e altura média de 1,5 cm (dimensões compatíveis com o porta amostra do abrasímetro utilizado). A resistência à abrasão foi calculada em função da perda de massa sofrida pelo material para o percurso de 40 metros. A Figura 51 ilustra o aspecto dos tarugos obtidos no torno mecânico para fabricação das amostras de abrasão.



Figura 51 – Tarugos de compósitos obtidos do torneamento mecânico para o ensaio de abrasão.

A Figura 52 ilustra três momentos do ensaio de abrasão, a saber: (A) o corpo de prova sendo colocado no porta amostra para ser testado; (B) ensaio no abrasímetro; (C) a pesagem final, na balança de precisão, do corpo de prova ensaiado.

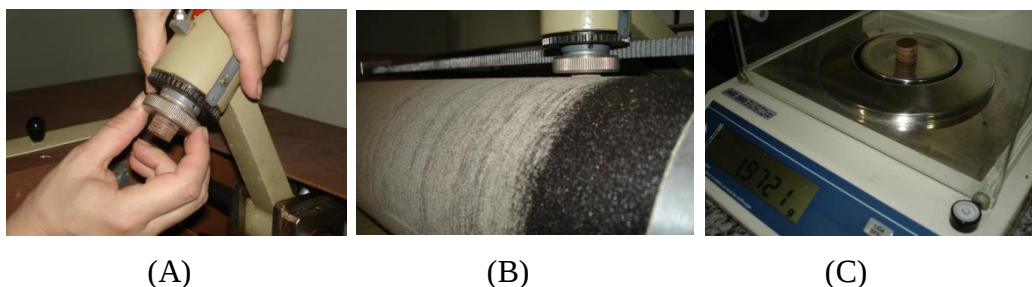


Figura 52 – Corpo de prova a ser ensaiado (A); corpo de prova ao final do ensaio (B) e corpo de prova pesado ao final do ensaio (C)

3.2.2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise por MEV teve como objetivo observar a superfície dos corpos de prova dos compósitos após o ensaio de abrasão, comparando-os com outras madeiras utilizadas para confecção de pisos. Dessa forma, foi analisado um corpo de prova para o compósito de mamona (1:1) com fibra de ubuçu, um corpo de prova para o compósito de mamona (2:1) com fibra de ubuçu e um corpo de prova para o compósito de resina epóxi e fibra de ubuçu. As madeiras utilizadas para comparar as propriedades de resistência à abrasão com os compósitos deste estudo foram pupunha e coqueiro, por serem madeiras ditas alternativas. As amostras foram analisadas em uma câmara de amostra em baixo vácuo (entre 1 e 10 torr). Portanto, não houve metalização prévia nas amostras do compósito.

3.2.2.7 Ensaio de resistência ao impacto do tipo queda de dardo

Os ensaios de impacto do tipo queda de dardo (“falling weight”) foram realizados em uma máquina *Fractovis Gravity Drop CEAST 6789*. Esta máquina é

composta por duas câmaras, uma superior na qual está posicionado um dardo de aço que, caindo livremente ao longo de dois guias, atinge a amostra colocada na parte inferior onde estão os suportes reguláveis que a sustentam. A Figura 53 ilustra o dardo utilizado e o sistema de massas ligadas a ele. Conhecida a altura da queda h , a velocidade teórica de impacto é obtida da relação $v = \sqrt{gh}$, enquanto a energia disponível no momento do impacto que depende da massa m em queda, e desprezando a energia perdida por atrito, é dada por, $E = mgh$.

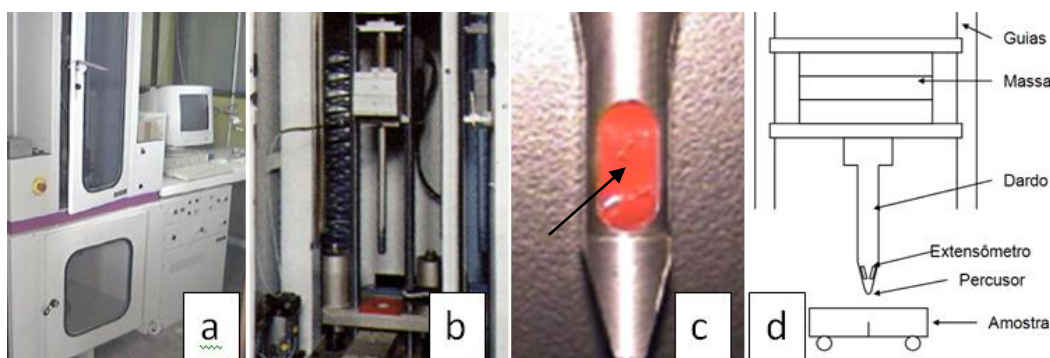


Figura 53 – Dardo instrumentado utilizado. (a) Equipamento “Falling Weight” Fractovis CEAST; (b) Detalhe do precursor e dos pesos associados; (c) Detalhe da ponta do precursor: os extensômetros estão colocados no interior da zona vermelha (seta); (d) Esquema do teste de impacto.

Na parte superior do dardo podem ser colocados pesos distintos de aço que permitem variar a massa em queda livre desde 2,97 kg até 25,97 kg. Do mesmo modo, a velocidade de queda livre pode variar continuamente desde 0,5 m/seg até 4,42 m/seg. Como consequência a energia disponível para o impacto varia desde 0,74J a 407J.

Para alcançar a velocidade de impacto desejada, o dardo se posiciona automaticamente na altura necessária através de um motor ligado à máquina. A base sobre a qual se localiza a amostra é regulável de modo a corrigir com precisão a altura do disparo e assim assegurar a velocidade de impacto. Para determinar a velocidade de impacto exata do teste, uma fotocélula fixa, localizada paralela ao dardo, mede a velocidade do dardo um instante antes do impacto.

O ensaio de resistência ao impacto foi executado conforme a Norma ISO 6603-2 (*Puncture Impact Behaviour of Rigid Plastics*) e consiste em determinar a

resistência do material, ductilidade e absorção de energia. Para este ensaio foi utilizado, associado ao equipamento anteriormente citado, um disco de diâmetro 40 mm, um impactador (tup) semi-esférico com raio de 12,7mm e velocidade de impacto de 1m/s. O ensaio foi realizado à temperatura ambiente ($\pm 20^{\circ}\text{C}$) e a massa de impacto utilizada foi de 28,6 kg.

Foram fabricados 5 corpos de prova com dimensões de $5 \times 5 \text{ cm}^2$ e espessura de 0,4 cm para cada tipo de compósito. A Figura 54 ilustra o esquema de funcionamento do equipamento utilizado neste ensaio, bem como a discriminação de cada elemento da máquina.

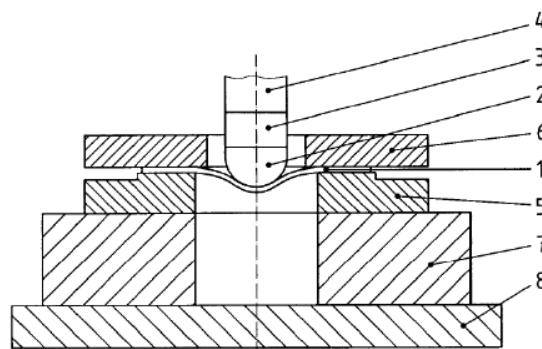


Figura 54 – Configuração do equipamento utilizado no ensaio de resistência ao impacto

Legenda: 1. Corpo de prova; 2. Ponta semi-esférica; 3. Célula de carga (posição recomendada); 4. Corpo; 5. Suporte do corpo de prova; 6. Dispositivo de retenção; 7. Base; 8. Isolamento acústico (opcional).

A ponta do dardo está equipada com extensômetros capazes de medir a deflexão causada pelo percussor. A força exercida sobre o percussor é medida indiretamente: uma carga aplicada provoca uma deformação e, portanto, uma variação da resistência elétrica proporcional ao comprimento do condutor. Os extensômetros estão colocados dentro de uma ponte de Wheaststone (Figura 55) para aumentar a sensibilidade da diferença de potencial medida (sinal) em relação a variação da resistência do extensômetro (indicada como “shunt”). A ponte de Wheatstone está conectada a um equipamento de controle e aquisição rápida (Ceast DAS 4000). Através da curva de calibração prevista pelo fabricante, o

DAS 4000, converte a diferença de potencial em carga aplicada ao percussor, obtendo assim uma curva de pontos força x tempo.

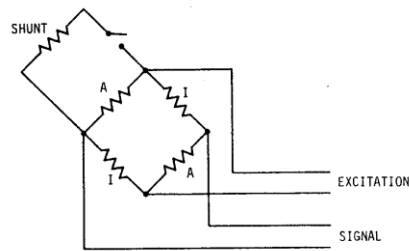


Figura 55 – Ponte de Wheatstone

Este ensaio foi realizado no Instituto de Pesquisa em Ciência e Tecnologia de Materiais (INTEMA), Faculdade de Engenharia, Universidade Nacional de Mar Del Plata.

3.2.2.8 Projeto de Design – Piso tururi mamona

Posteriormente à análise dos ensaios realizados, foi confeccionado um piso do compósito de fibra de ubuçu e resina de mamona utilizando-se da metodologia do Design Industrial que, resumidamente, pode ser assim esquematizada:

1. Tema do projeto: Projetar um piso do tipo “taco” utilizando o compósito moldado por compressão e formado pela fibra de ubuçu e resina de mamona;
2. Levantamento de dados: Pesquisar no mercado os tipos de pisos existentes e adequar o material compósito ao formato mais adequado, tendo em vista o seu processo produtivo;
3. Análise de dados: Filtrar as informações mais relevantes e que irão servir como pontos norteadores para o desenvolvimento do produto “piso”;
4. Projeto de Design: Projetar o piso tendo em vista as informações anteriormente coletadas;
5. Construção de modelos, mock-ups e protótipos para validar as idéias até então concebidas;
6. Construção do protótipo para apresentação;

7. Desenhos técnicos e detalhamento;
8. Desenvolvimento do Manual de Identidade Visual que irá conter a logomarca ou logotipo do produto, utilização das cores em sistemas RGB¹⁸ e CMYK¹⁹, uso da logomarca em diferentes mídias impressas, eletrônicas, em brindes e embalagens;
9. Apresentação final.

Dessa forma, antes da realização do projeto, foram observados os diversos estilos de pisos existentes no mercado, os vários tipos de encaixe das peças, as modalidades de aplicação e os problemas apresentados na aplicação e uso de cada um deles. Depois de observadas as situações citadas, projetou-se um piso do tipo “taco” que apresenta facilidade de fabricação, montagem e manutenção simples.

Após o piso projetado, elaborou-se uma logomarca que identifica o produto. Estas etapas foram executadas a fim de demonstrar a importância da atividade do Design Industrial no processo produtivo e na distribuição de um dado produto no mercado.

¹⁸ RGB é a abreviatura do sistema de cores aditivas formado por Vermelho (Red), Verde (Green) e Azul (Blue). O propósito principal do sistema RGB é a reprodução de cores em dispositivos eletrônicos como monitores de TV e computador, “datashows”, scanners e câmeras digitais, assim como na fotografia tradicional.

¹⁹ CMYK é a abreviatura do sistema de cores formado por Ciano (Cyan), Magenta (Magenta), Amarelo (Yellow) e Preto (“K”ey – do inglês=chave, pois é a base). Este sistema é empregado por impressas, impressores e fotocopiadoras para reproduzir a maioria das cores do espectro visível, e é conhecido como quadricomia. É o sistema substrativo de cores, em contraposição ao sistema aditivo, o RGB.