

ESTUDO DA MICROESTRUTURA DE MATERIAIS COMPÓSITOS: UM CAMINHO PARA OTIMIZAR SEU DESEMPENHO

Holmer Savastano Jr. / Vahan Agopyan

RESUMO

As fibras vegetais de coco, sisal e malva, comparativamente às de amianto e polipropileno, são alvos deste estudo do desenvolvimento de materiais de construção compostos. A análise microestrutural é apresentada como uma ferramenta de trabalho complementar, para correlação com o desempenho mecânico desses materiais. A investigação demonstrou que os compósitos com fibras vegetais apresentam deficiências de resistência à tração e durabilidade, apesar da boa ductilidade. É possível identificar fatores microestruturais da zona de transição fibra-matriz que, uma vez otimizados, possibilitarão o melhor desempenho desses compósitos fibrosos.

DESCRIPTORES:

Fibras vegetales, Fibro-cemento, Materiales compuestos, Microestructura, Propiedades mecánicas, Zona de transición.

ABSTRACT MICROSTRUC- TURE ANALYSIS AS A METHOD FOR IMPROVING COMPOSITE MATERIALS PERFORMANCE

Studies of composite materials reinforced with vegetable fibres (coir, sisal and malva) are compared with those containing asbestos and polypropylene fibres. Microstructure analysis is presented as an additional method for correlation with mechanical performance of these construction materials. The vegetable composites showed deficiencies in tensile strength and durability although they had high ductility. It is possible to identify microstructural elements at the fibre-matrix transition zone which once optimized would improve the performance of such fibrous composites.

1. INTRODUÇÃO

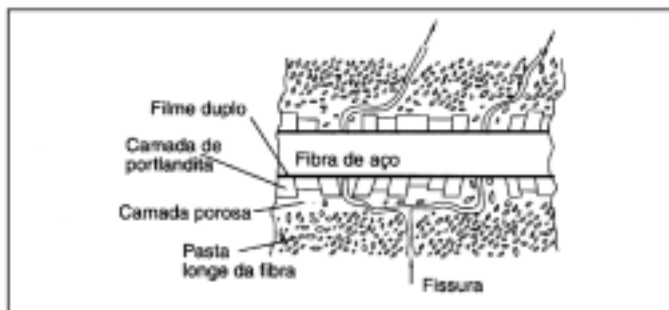
Esta pesquisa teve por objetivo a caracterização da zona de transição em diversos compósitos fibrosos, bem como a avaliação do desempenho macroscópico desses materiais. O conhecimento da microestrutura, paralelamente ao do comportamento mecânico, tem a finalidade de fornecer subsídios ao desenvolvimento de materiais de construção reforçados com fibras, para obtenção do melhor desempenho possível.

No caso específico dos compósitos com fibras vegetais, o interesse recaiu na resistência a esforços dinâmicos e na durabilidade desses materiais, conforme parte das conclusões apresentadas por Sosa Griffin (1994).

Morrison et al. (1984) propuseram que a maior aderência fibra-matriz é conseguida por meio do melhor funcionamento da zona de transição. Essa zona ou auréola de transição é a região da pasta de cimento próxima à fibra, com espessura entre 10 e 100 micrometros, que apresenta propriedades diferenciadas do restante da matriz. Bentur et al. (1985) também estudaram a microestrutura da zona de transição entre fibra de aço e pasta de cimento e admitiram a existência de um filme duplo na superfície da fibra, porém como fase descontínua e de difícil reconhecimento por meio de microscopia. Segue-se a auréola de portlandita (hidróxido de cálcio), com aproximadamente 10 micrometros de espessura e, após, a zona de transição (10 a 20 micrometros) bastante porosa. A figura 1 ilustra o comportamento das fissuras, que acompanham essa região mais porosa, à distância aproximada de 30 micrometros da superfície das fibras.

FIGURA 1

Esquema da progressão de fissura na zona de transição de compósitos fibrosos (Bentur et al., 1985).



2. TRABALHO EXPERIMENTAL

O experimento empregou cimento portland comum sem adição de material carbonático. Foram selecionadas fibras de amianto crisotila, malva (*Urena lobata* Linn.), sisal (*Agave sisalana* Perrine), coco (*Cocos nucifera* Linn.) e polipropileno, todas isentas de tratamento químico.

As fibras vegetais e de polipropileno foram utilizadas em comprimentos de 15 a 30 mm, para distribuição aleatória na matriz; as de amianto mediam cerca de 5 mm. A absorção de água pelas fibras vegetais foi superior a 90% em massa, sendo que mais da metade dessa absorção ocorreu nos primeiros 5 minutos de imersão.

Os compósitos foram preparados com relações água-cimento em massa de 0,30, 0,38 e 0,46 e as idades de ruptura dos ensaios mecânicos foram 7, 28, 90 e 180 dias. A partir das características físicas das cinco fibras em estudo e tendências ao embolamento durante a mistura com a matriz, optou-se por teores em volume diferenciados para os compósitos: 4% para as fibras vegetais e 1% para polipropileno e amianto.

3. PROPRIEDADES DOS COMPÓSITOS

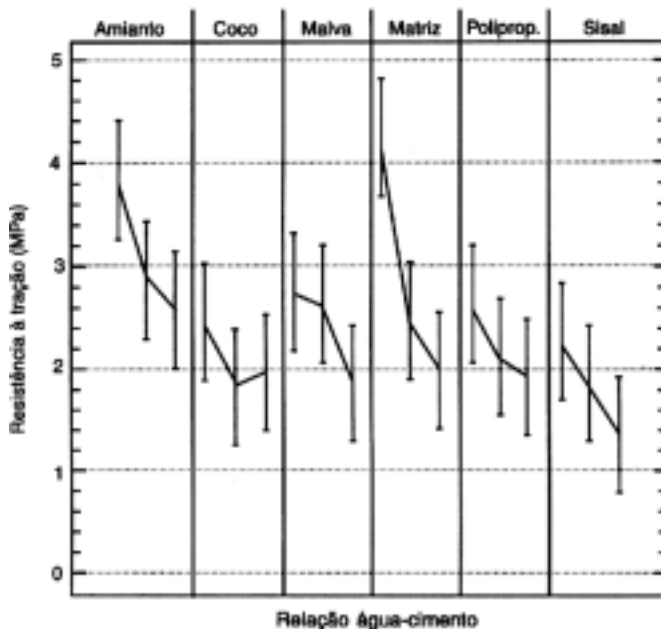
O estudo se dividiu paralelamente em duas frentes de trabalho: a primeira direcionada ao estudo do comportamento mecânico, em especial no que se refere à resistência à tração e ductilidade dos materiais; a segunda voltada para a microestrutura, com interesse específico na zona de transição entre as fibras e a matriz cimentícia.

3.1 Comportamento mecânico

O tipo de fibra empregado, a relação água-cimento e a idade de hidratação exerceram influência estatisticamente significativa sobre as principais propriedades es-

FIGURA 2

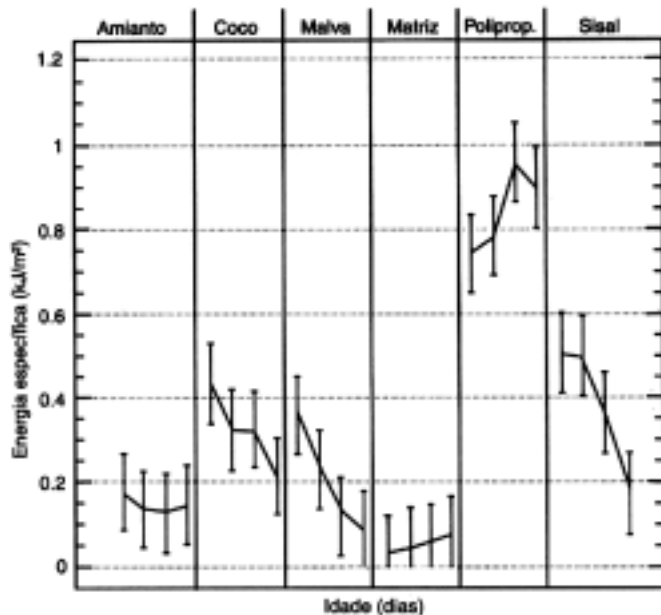
Resistência à tração do compósito com várias relações água-cimento. Idade = 28 dias, intervalo de confiança = 95%. Ensaio de tração direta (ASTM C-190/85).



Legenda: para cada tipo de fibra, as relações água-cimento se repetem na seqüência de 0,30, 0,38 e 0,46.

FIGURA 3

Energia específica do compósito em diversas idades. $x = 0,38$, intervalo de confiança = 95%. Ensaio de tração na flexão.



Legenda: para cada tipo de fibra, as idades se repetem na seqüência de 7, 28, 90 e 180 dias.

FIGURA 4

Imagem de elétrons retroespalhados. Compósito com fibras de amianto, $x = 0,38$, 7 dias. Seta: filme de hidróxido de cálcio com espessura média de 5 micrometros sobre a superfície da fibra.

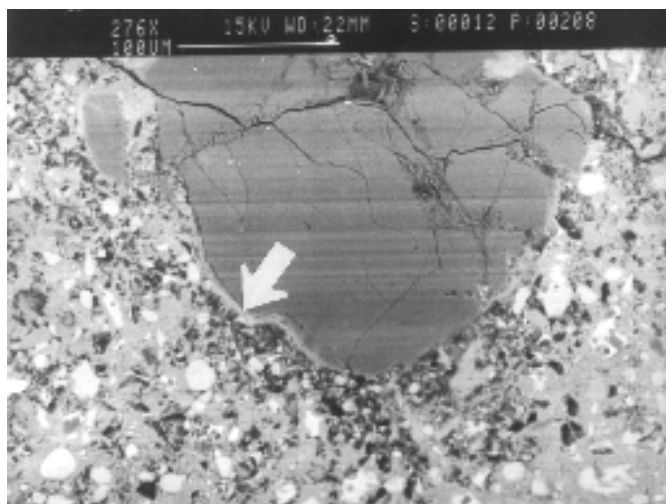
**FIGURA 5**

Imagem de elétrons retroespalhados. Compósito com fibras de sisal, $x = 0,38$, 180 dias. Seta 1: cristal de portlandita; setas 2 e 3: regiões da zona de transição ricas em hidróxido de cálcio.



tudadas: resistência à tração e energia específica (energia total absorvida dividida pela área de fratura). Os ensaios mecânicos empregados nesta pesquisa estão expostos com maiores detalhes por Savastano Jr. et al. (1994) e foram adaptados para a investigação de materiais reforçados com fibras, sobretudo aquelas de baixo módulo de elasticidade.

O ensaio de tração direta teve a vantagem de submeter o corpo-de-prova à tração pura. As fibras de cimento amianto foram as que conferiram maior resistência aos compósitos, enquanto aquelas com fibras de sisal e de coco foram as de pior desempenho. Como ilustra a figura 2, a relação água-cimento mais baixa proporcionou os melhores resultados de resistência.

O ensaio de tração na flexão utilizou equipamento de quatro cutelos e seguiu as recomendações de RILEM (1984). A energia absorvida pelo corpo-de-prova equivale à área delimitada pelo gráfico carga x deformação, em especial após a fissuração da matriz. A figura 3 mostra o comportamento da energia específica: percebe-se como foi significativa a queda dessa propriedade aos 180 dias de idade, para compósitos com fibras vegetais, em decorrência da degradação dessas fibras em condições severas de exposição (umidade relativa superior a 95%). O compósito que absorve a maior quantidade de energia é aquele com fibras de polipropileno, que chega a atingir aproximadamente o dobro dos resultados obtidos com fibras de sisal e de coco. Os compósitos com fibras de amianto e de malva apresentam valores ainda menores, em consequência do pequeno comprimento de ancoragem dessas fibras. A matriz sem fibras, obviamente, absorve menos energia que todos os compósitos.

3.2 Análise microestrutural

As amostras foram submetidas aos ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV), com imagem de elétrons retroespalhados e de elétrons secundários. Conjuntamente, foram realizadas análises por espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS), para identificação dos elementos químicos constituintes das micro-regiões analisadas.

A figura 4 ilustra o acúmulo de macrocristais ricos em cálcio e pequeno aumento da porosidade nas proximidades da fibra de amianto. Trata-se de cristais de hidróxido de cálcio, também conhecido como portlandita, de cor cinza-clara e com formato semelhante ao relatado por outros pesquisadores (Scrivener & Bentur, 1988). Embora o cálcio tenha aparecido em toda a matriz, confirmou-se sua presença acentuada em toda a superfície da fibra. Durante a mistura do compósito, as fibras são envolvidas por película de água, fenômeno chamado de efeito parede, formando-se uma camada de hidróxido de cálcio.

A elevada porosidade atrai grande quantidade de água para as proximidades das fibras vegetais, o que favorece o aparecimento de macrocristais de portlandita, dificilmente juntos à superfície da fibra, mas sim no interior da zona de transição. Isso se comprova na figura 5, que mostra zona de transição bastante espessa (da ordem de 200 micrometros) e porosa, de compósito com fibras de sisal. Além de um cristal de portlandita, em forma de lamelas empilhadas e com dimensão superior a 70 micrometros (seta 1), duas análises por EDS (setas 2 e 3) indicam relações cálcio/silício superiores a 4, com fortes indícios de concentração de hidróxido de cálcio.

Figura 6

Imagem de elétrons retroespalhados. Compósito com fibras de coco, $x = 0,46$, 28 dias. Zona de transição com espessura média de 30 micrometros. Seta 1: portlandita; seta 2: microfissuras e seta 3: descolamentos.

**Figura 7**

Imagem de elétrons secundários em compósito com fibras de coco, $x = 0,38$, 180 dias. A seta indica descolamento da fibra.

**Figura 8**

Imagem de elétrons retroespalhados. Compósito com fibras de polipropileno, $x = 0,30$, 28 dias. A seta indica filme de produtos hidratados.



O compósito com fibras de coco e relação água-cimento elevada ($x = 0,46$) também denota grande acúmulo de portlandita, conforme indicado pela seta 1 da figura 6. São típicas as fissuras nas proximidades da zona de transição (seta 2), originadas pela retração por secagem da matriz, e o descolamento das fibras (seta 3), devido a sua alteração volumétrica.

A figura 7 traz a imagem de elétrons secundários de superfície fraturada do compósito com fibras de coco, aos 180 dias. Observa-se que os produtos hidratados ficam aderidos à superfície bastante rugosa da fibra e com as fibrilas parcialmente expostas, sinal da decomposição da lignina.

Como se observa na figura 8, são quase inexistentes os descolamentos da fibra de polipropileno, pois ela não sofre variação dimensional no interior da matriz, o que faz aumentar a aderência e a energia absorvida durante a fissuração do compósito. A fibra é vista de topo, circundada por filme de produtos hidratados, com espessura da ordem de 1 micrometro, processo típico do efeito parede anteriormente relatado para os compósitos com fibras de amianto.

4. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos demonstram a potencialidade das fibras vegetais, nas aplicações em que a ductilidade do material é importante, desde que superadas as deficiências de resistência à tração e durabilidade do compósito. Para tanto, o método de investigação microestrutural pareceu bastante adequado, por identificar a causa dessas características do desempenho dos compósitos reforçados com fibras vegetais.

Os compósitos com fibras impermeáveis de amianto e polipropileno atingem resistências e energias específicas respectivamente maiores, por apresentarem zona de transição menos porosas e de menor espessura.

A ductilidade é significativamente inferior nas idades de 90 e 180 dias, para a média de todos os compósitos. Contribuem para essa redução: (i) menor porosidade da zona de transição; (ii) decomposição e/ou petrificação das fibras vegetais; (iii) reação química entre a superfície da fibra de amianto crisotila e o hidróxido de cálcio, presente em excesso na interface fibra-matriz.

O modelo de formação da zona de transição segundo o efeito parede (película de água que adere à fibra durante a mistura com a matriz) não é válido para compósitos com fibras vegetais. A elevada porosidade dessas fibras explica a atração exercida sobre a água com a conseqüente redução da aderência entre fibra e matriz. Relações água-cimento maiores acentuam essa tendência, o que se

reverte em maior porosidade e acúmulo de portlandita junto à superfície das fibras.

Como conclusão principal, comprova-se a existência de correlação direta entre o desempenho macroestrutural dos compósitos fibrosos e a zona de transição fibra-matriz. Isso ocorre para os diversos tipos de fibra, relações água-cimento e idades de hidratação estudados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BENTUR, A.; DIAMOND, S.; MINDESS, S. (1985): «Cracking processes in steel fiber reinforced cement paste». *Cement and Concrete Research*, v. 15, n. 2, pp. 331-42, 1985.

MORRISON, J.K.; SHAH, S.P.; JENQ, Y.S. (1988): «Analysis of fiber debonding and pullout in composites». *Journal of Engineering Mechanics*, v. 114, n. 2, pp. 277-94, Feb. 1988.

REUNION INTERNATIONALE DES LABORATOIRES D'ESSAIS ET DES RECHERCHES SUR LES MATERIAUX ET LES CONSTRUCTIONS (RILEM). «Testing methods for fibre reinforced cement-based composites». *Matériaux et Constructions*, v. 17, n. 102, pp. 441-56, nov./dec. 1984. (RILEM Draft Recommendations, Technical Committee 49 TFR).

SAVASTANO JR., H.; DANTAS, F.A.S.; AGOPYAN, V. (1994): *Materiais reforçados com fibras*: correlação entre a zona de transição fibra-matriz e as propriedades mecânicas. São Paulo, IPT/ Pini. (Publicação IPT 2158 - Boletim 67).

SCRIVENER, K.L.; BENTUR, A. (1988): Qualitative characterization of the transition zone in high strength concretes. *Advances in Cement Research*, v.1, n. 4, pp. 230-7, 1988.

SOSA GRIFFIN, M. (1994): *Utilización de materias primas vegetales para la producción de materiales de construcción: análisis crítico*. Caracas, IDEC-FAU-UCV. (Trabajo presentado para ascender a la categoría de agregado).