

Projeto de Pesquisa
**Avaliação de propriedades de fadiga de compósitos de polipropileno
reforçado com fibras de coco para utilização em equipamentos
biomédicos.**

Candidato a Bolsa de Mestrado: Dijan Vinicius Osti de Moraes

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco

Introdução e Objetivos

Equipamentos biomédicos para pessoas que necessitam de auxílio a locomoção, tais como muletas, andadores e cadeiras de rodas, demandam em sua construção materiais que ofereçam resistência mecânica, particularmente resistência a fadiga, associada a baixa massa específica, facilitando seu manuseio. Além disso, resistência a degradação pelo contato com a atmosfera e umidade facilitam sua manutenção e utilização. Deste modo, materiais poliméricos, e particularmente compósitos de matriz polimérica reforçada com fibras ou partículas são candidatos potenciais a esta aplicação.

Nos últimos anos, tem-se observado um aumento significativo no desenvolvimento de pesquisas em polímeros reforçados com fibras naturais ou lignocelulósicas devido às contribuições que estas trazem a estes compósitos, tais como, redução da densidade e do custo, baixa abrasividade quando comparadas às fibras sintéticas e, ainda, devido a sua procedência de fontes renováveis (1-4). Vários tipos de fibras naturais têm sido estudados com o objetivo de reforçar matrizes de termoplásticos, dentre os quais estão as fibras de curauá (5,6), fibras de juta, pó de serra (7-9), sisal (10-11) e as fibras de coco (12-15). O Brasil apresenta um elevado potencial de produção de fibras naturais, dentre as quais está a fibra de coco, que pode ser extraída do fruto maduro ou verde. As fibras de coco são fibras lignocelulósicas, obtidas a partir do mesocarpo da fruta do coqueiro e constitui, aproximadamente, 25 % da noz. Entre suas características, tem-se que suas fibras não são frágeis como as fibras de vidro, são passíveis de modificações químicas e não são tóxicas (16).

Dentre as limitações do uso de fibras naturais em compósitos poliméricos está a baixa temperatura de degradação da celulose, cerca de 200°C, que torna inviável a sua incorporação em polímeros cuja temperatura de processamento seja superior. Dentre os polímeros viáveis como matriz deste compósito está o polipropileno (PP), cuja temperatura de fusão é de 165 °C. Alguns trabalhos têm sido publicados, nos quais as fibras de coco têm sido incorporadas em PP (12-14). A principal dificuldade encontrada pelos autores é

decorrente das diferenças químicas entre as fases, pois o polipropileno é apolar e as fibras de coco são compostas de celulose, hemicelulose e lignina, que são polares. Estas diferenças conferem ao sistema uma adesão inadequada entre as fases, com elevada tensão superficial, tornando o sistema incompatível. Para melhorar a adesão, para que a transferência de esforços seja mais adequada, é necessário adicionar agentes compatibilizantes, ou tratar as fibras com agentes de acoplagem, ou ainda promover ataques químicos à superfície da fibra para conferir a mesma uma superfície mais irregular, facilitando a adesão à matriz polimérica. Os agentes compatibilizantes mais utilizados são o polipropileno graftizado com anidrido maleico (PP-g-MA) e a lignina. Além da incorporação do agente compatibilizante, um processo de mistura adequado deve ser conduzido e o tamanho das fibras controlado (9).

Estudos de propriedades mecânicas monotônicas, entre os quais estão os ensaios de tração, impacto e flexão, são abordados nos referidos estudos e, tem-se observado que a incorporação de agentes compatibilizantes é imprescindível para a obtenção de resistências à tração e flexão superiores às aquelas obtidas nos polímeros puros, porém, o aumento de rigidez, proporcional ao módulo elástico, é obtido, mesmo para os compósitos não compatibilizados. No entanto, apesar de muitos destes compósitos serem possivelmente utilizados em aplicações sob carregamentos cíclicos, há necessidade de avaliação de sua vida em fadiga, praticamente não estudada.

A vida em fadiga tem sido assunto de estudos para compósitos de PP e fibra de vidro (17), compósitos de PP e carbonato de cálcio (18) e nanocompósitos de PP e nanopartículas (19). O mecanismo de fadiga irá depender de muitas variáveis, entre as quais, estão: a frequência, a amplitude de sollicitação e a natureza viscoelástica dos polímeros (18). Dentre os modos de fadiga em polímeros estão a fadiga térmica e a fadiga mecânica. O fato dos polímeros apresentarem comportamento viscoelástico faz com que, sob carregamento cíclico, haja histerese, causando dissipação de energia durante a deformação, gerando calor. Este calor não será facilmente dissipado devido à baixa condutividade térmica dos polímeros. Se a geração de calor excede sua dissipação, ocorrerá o aquecimento da amostra e o polímero falhará devido ao à deformação plástica, em termos macroscópicos. Esta é a chamada fadiga térmica. Se a tensão for reduzida, a geração de calor também será e, o número de ciclos para falhar aumenta. No entanto, se o aumento da temperatura for pequeno, durante o carregamento cíclico, o modo de falha do polímero não será por fadiga térmica e sim por fadiga mecânica, com iniciação e propagação de trincas.

Porém, ambos os efeitos podem coexistir, pois inicialmente a temperatura aumenta em seguida a trinca se propaga (20).

Estudo recente (21) sobre a vida em fadiga de compósitos de Polipropileno com 30 % em massa de fibras de coco e 6% em massa de PP-g-MA mostra que obtenção de compósitos de polipropileno e fibras de coco é viável, tanto do ponto de vista ecológico, quanto em termos de suas propriedades mecânicas. A inclusão de agente compatibilizante se mostra necessária devido ao aumento de adesão proporcionado, conduzindo a elevação significativa da resistência à tração e do número de ciclos de vida em fadiga. Os mecanismos de fadiga, para o polipropileno puro e para os compósitos foram, preferencialmente, por fadiga térmica e fadiga mecânica, respectivamente. Este comportamento credencia os compósitos compatibilizados como possíveis substitutos de compósitos de polipropileno com fibras sintéticas em aplicações nas quais carregamentos cíclicos são empregados. As curvas S-N obtida para PP puro, compósitos de PP e 30% fibras de coco (PPFC30) e compósitos de PP e 30% de fibras de coco, compatibilizados com 6% de PP-g-MA (PPFC30C), a frequência de 6 Hz, são apresentadas na Figura 1, onde se nota o significativo aumento da vida em fadiga propiciado pela adição das fibras de coco, além da necessidade de compatibilização por PP-g-MA para a eficiência do reforço.

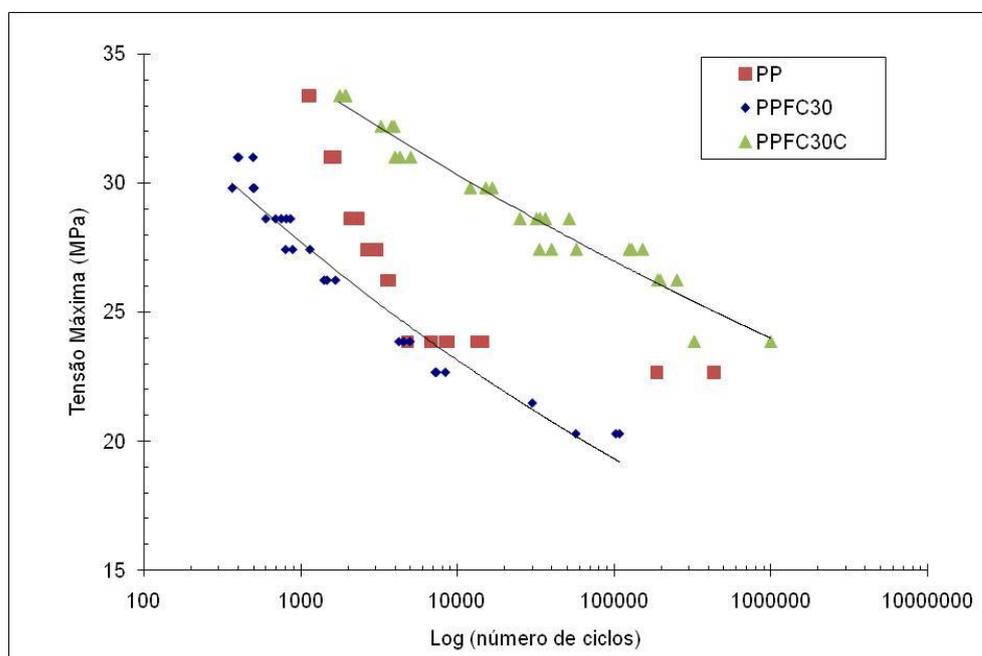


Figura 1: Curvas de fadiga (S-N) para o polipropileno (PP), compósitos de PP e 30 % fibras de coco (PPFC30) e compósitos de PP e 30 % de fibras de coco, compatibilizados com PP-g-MA (PPFC30C), à frequência de 6 Hz, com tensão mínima no ciclo nula.

Trabalho de iniciação científica conduzido pelo candidato a bolsa de mestrado deste projeto (22), onde se variou as concentrações de fibra de coco em 20% e 40% e de agente

compatibilizante PP-g-MA em 4% e 8%), mostrou que em sollicitação cíclica, também conduzida em tensão mínima nula e frequência de 6 Hz, ao se aumentar a porcentagem de fibra de coco de 20% para 40% obteve-se um aumento da vida em fadiga do compósito para um mesmo nível de tensão. Já ao se fixar a porcentagem de fibra de coco e só aumentar a porcentagem de agente compatibilizante de 4% para 8%, não se obteve em uma mudança significativa na curva S-N, tanto para as composições de 20% de fibra de coco, como para as composições de 40% de fibra de coco. Assim, concluiu-se que compósitos com 40% em massa de fibra de coco e 4% de agente compatibilizante apresentaram a melhor vida em fadiga nas condições estudadas.

Todavia, os estudos preliminares anteriormente mencionados não exploram a influência da frequência de carregamento sobre o comportamento a fadiga de compósitos PP-fibra de coco-PP-g-MA. O aumento da frequência pode dificultar a dissipação do calor gerado pelo esforço cíclico, o que pode levar a alteração do modo de falha por fadiga, com impacto significativo sobre a vida em fadiga do material.

A partir deste contexto, verificou-se a necessidade de se investigar o comportamento mecânico sob carregamento cíclico, através de sua vida em fadiga, do compósito de polipropileno e 40% fibra de coco, compatibilizado com 4% PP-g-MA, verificando a influência da frequência de carregamento na vida em fadiga do compósito.

Metodologia

O polipropileno, em pó, foi fornecido pela empresa Quattor, sob o código HP550K, com índice de fluidez de 4.0 g/10min. Os antioxidantes e lubrificantes incorporados às formulações serão o Irganox B215 e o estearato de cálcio, respectivamente. O agente compatibilizante que será utilizado é o polipropileno graftizado com anidrido maleico (PP-g-MA), sob o código Polybond® 3200, fornecido pela empresa Crompton-Uniroyal Chemical. A fibra de coco verde foi fornecida pelo Projeto Coco Verde (Rio de Janeiro/RJ), com comprimento variando de 12 a 14 cm.

A fibra de coco verde será primeiramente cortada com uma guilhotina, resultando em uma fibra com comprimento médio de 6 cm. Em seguida, será realizada a moagem a seco em um moinho de facas modelo MAK-250, rotação de 1750 rpm, fabricado e fornecido pela empresa Kie Máquinas e Plásticos, em duas etapas de moagem: na primeira etapa utiliza-se uma grelha com abertura de 3 cm e na segunda etapa utiliza-se uma grelha com abertura de 0,5 cm. Antes do processo de extrusão, as fibras serão secas em estufa

durante 24 horas, à 100°C e acondicionadas em sacos aluminizados como barreira à umidade e à luz.

Os componentes dos compostos foram pesados e pré-misturados em um misturador, da marca Mecanoplast, antes de serem extrudados. A formulação será Polipropileno com 40% (em massa) de fibras de coco e 4% (em massa) de PP-g-MA, escolhida a partir dos desenvolvimentos anteriormente descritos nesta proposta. A extrusora utilizada será uma extrusora dupla rosca co-rotante modelo ZSK26P10.6, da fabricante Coperion Werner & Pfleiderer GmbH & Co., com 26 mm de diâmetro e uma zona de degasagem. O perfil de temperatura durante a extrusão, realizada sob rotação de 250 RPM, será de 170, 175, 180, 180, 180, 185, 185, 190, 190, 190°C.

Os compósitos preparados no processo de extrusão serão moídos e injetados em corpos de prova de tração, segundo normas ASTM D638, em uma injetora Battenfeld, modelo HB 60/350, à pressão de injeção de 360 bar, com perfil de temperatura de 190, 190, 190 e 195°C nas zonas 1, 2 e 3 e no bico da injetora, respectivamente.

Para estabelecer os valores de tensões a serem estudados nos ensaios de fadiga, ensaios de tração serão realizados em uma Máquina Universal de Ensaio Instron, modelo 5565, segundo norma ASTM 638, a velocidade de ensaio de 5 mm/min e temperatura de 23 °C.

As amostras serão submetidas a diferentes carregamentos cíclicos e suas *curvas S-N* serão obtidas através dos resultados de ensaios de fadiga em máquina servohidráulica MTS 810. Os ensaios serão conduzidos em frequências de 1, 2, 5 e 10 Hz, e as amostras serão condicionadas à temperatura de 23 °C e umidade de 50 %. O tipo de carregamento tensão-tensão, controlado por tensão, foi aplicado devido à geometria da amostra. Cargas compressivas não serão aplicadas devido à ocorrência de flambagem do corpo de prova. Para obtenção da curva S-N, variar-se-á a força máxima aplicada em 7 diferentes níveis, com o máximo de tensão não excedendo 90% do limite elástico do compósito, determinado nos ensaios de tração; a força mínima será mantida em 50 N.

As superfícies fraturadas, obtidas nos ensaios de tração e nos ensaios de fadiga, serão recobertas com liga AuPd e analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) CamScan 3200LV, para avaliação dos mecanismos de fratura sob carregamento monotônico e de fadiga, determinando a influência destes na vida em fadiga observada.

Cronograma de execução

Para atingir os objetivos propostos o trabalho deverá ser conduzido em 24 meses, de acordo com o cronograma descrito na Tabela 1.

Tabela 1. Cronograma de atividades do presente projeto.

Atividade	Bimestre de execução											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Obtenção dos créditos	■	■	■	■	■	■						
Elaboração dos corpos-de-prova				■								
Ensaio de tração					■							
Ensaio de fadiga						■	■	■	■	■		
Ensaio fractográfico em MEV					■	■	■	■	■	■	■	
Análise de resultados					■	■	■	■	■	■	■	■
Elaboração de exame de qualificação							■	■				
Elaboração da dissertação											■	■

Referências

1. F. M. B. Coutinho; T. H. S. Costa *Polymer Testing*, 1999, 18, 581.
2. C. A. Correa; C. N. P. Fonseca; S. Neves *Polímeros*, 2003, XIII.
3. M. Kazayamoko; J. J. Balatinecz; L. M. MATUANA *Journal of Material Science*, 1999, 34, 6189.
4. N. E. Zafeiropoulos; D. R. Williams; C. A. Baillie; F. L. Matthews *Composites: Part A*, 2002, 33, 1083.
5. B. Mano; M. A. S. Spinacé; M. A. De Paoli *The Polymer Processing Society 23rd Annual Meeting*. Salvador, Brazil, may 27-31, 2007.
6. P. A. Santos; M. A. S. Spinacé; K. K. G. Feroselli; M. A. De Paoli *The Polymer Processing Society 23rd Annual Meeting*. Salvador, Brazil, may 27-31, 2007.
7. N. E. Marcovich; M. M. Reboredo; M. I. Aranguren *Journal of Applied Polymer Science*, 1998, 68, 2069.
8. V. N. Hristov; R. Lach; W. Grellmann *Polymer Testing*, 2004, 23, 581.
9. S. H. P. Bettini; A. T. Uliana; D. Holzschuh *Journal of Applied Polymer Science*, 2008, 108, 2233.
10. P. J. Herrera-Franco; A. Valadez-Gonzalez *Composites: Part A*, 2004, 35, 339.
11. A. Valadez-Gonzalez; J. M. Cervantes-Uc; R. Olayo; P. J. Herrera-Franco *Composites: Part A*, 1999, 30, 321.
12. H. D. Rozman; K. W. Tan; R. N. Kumar; A. Abubakar; Z. A. Mohd. Ishak; H. Ismail *European Polymer Journal*, 2000, 1483.
13. P. Wambua; J. Ivens; I. Verpoest *Composite Science and Technology*, 2003, 63, 1259.
14. M. H. Ishizaki; L. L. Y. Visconte; C. R. G. Furtado; M. C. A. M. Leite; J. L. Leblanc *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 2006, 16, 182.
15. M. Brahmakumar; C. Pavithran; R. M. Pillai *Composites Science and Technology*, 2005, 65, 563.
16. F. Tomczak; T. H. D. Sydenstricker; K. G. Satyanarayana; *Composites: Part A*, 2007, 38, 1710.
17. M. C. A. Cruz; J. A. Sousa in *Proceedings of the Polymer Society 24th Annual Meeting*. PPS 24. Salerno (Itália), 15-19 de junho de 2008.
18. S. E. Kultural; I. B. Eryurek *Materials and Design*. 2007, 28, 816.
19. Y. Zhou; V. Rangari; H. Mahfuz; S. Jeelani; P. K. Mallick *Materials Science and Engineering*. 2005, 402, 109.
20. J. Roesler; H. Harders; M. Baeker, *Mechanical Behaviour Of Engineering Materials*, Springer, New York, 2007.
21. S. H. P. Bettini; M. C. Antunes; R. Magnabosco. *Estudo da influência do agente compatibilizante no comportamento em fadiga de um compósito de polipropileno reforçado com fibra de coco*. In: 10 Congresso Brasileiro de Polímeros, 2009, Foz do Iguaçu. 10 Congresso Brasileiro de Polímeros. São Carlos : ABPOL, 2009.
22. D. V. O. Moraes. *Estudo da influência de variáveis de composição no comportamento em fadiga de compósitos de polipropileno e fibra de coco*. Iniciação científica. (graduando em engenharia mecânica) - Centro Universitário da FEI, 2010. Orientador: R. Magnabosco, disponível em http://www.fei.edu.br/~rodrmag/PROJETOS_IC/2010/IC2010_Dijan.pdf.