unesp UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

ANDRESSA CECÍLIA MILANESE

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO FIBRA DE SISAL/RESINA EPÓXI VIA RTM

Guaratinguetá
2012

ANDRESSA CECÍLIA MILANESE

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO FIBRA DE SISAL/RESINA EPÓXI VIA RTM

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica na área de Materiais.

Orientadora: Profa. Dra. Maria Odila Hilário Cioffi
Coorientador: Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald

Guaratinguetá
2012

Milanese, Andressa Cecília
M637p Processamento e caracterização de compósito fibra de sisal/resina epóxi via RTM / Andressa Cecília Milanese - Guaratinguetá : [s.n.], 2012.
123 f. : il.
Bibliografia: f. 99-109

Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2012.
Orientadora: Profª. Drª. Maria Odila Hilário Cioffi
Coorientador: Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald

1. Compósitos poliméricos 2. Resinas Epóxi I. Título

CDU 620.1(043)

unesp

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

ANDRESSA CECÍLIA MILANESE

ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
"DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA"

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

Prof. Dr. José Antonio Perrella Balestieri
Coordenador

B A N C A E X A M I N A D O R A:

Profª. Drª. MARIA ODILA HILÁRIO CIOFFI
Orientador / UNESP-Feg

Profª. Drª. MIRABEL CERQUEIRA REZENDE
CTA/IAE/AMR

Prof. Dr. SANDRO DONNINI MANCINI
UNESP/Sorocaba

Profª. Drª. LAURA HECKER DE CARVALHO
UFCG/Dema

Prof. Dr. GERSON MARINUCCI
IPEN

Novembro de 2012

DADOS CURRICULARES

ANDRESSA CECÍLIA MILANESE

NASCIMENTO	19.04.1980 – FLORIANÓPOLIS / SC
FILIAÇÃO	Edio João Milanese Eva Albertina Medeiros Milanese
1998/2002	Curso de Graduação em Engenharia Civil Universidade Federal de Santa Catarina
2005/2007	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da UNESP
2008/2012	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Doutorado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da UNESP

DEDICATÓRIA

de modo especial, aos meus pais Edio e Eva, e ao meu esposo Marcelo, meus amores e grandes incentivadores...

AGRADECIMENTOS

A Deus, em quem sempre confio e ilumina meu caminho...

Aos meus pais, Edio João Milanese e Eva Albertina Medeiros Milanese pelo incentivo e apoio;

Ao meu esposo, Marcelo Bailone Alvares Leite pela compreensão e carinho;

A todos que de alguma forma contribuíram à realização desta pesquisa;

Especialmente, às professoras,

Mª Odila Hilário Cioffi, minha orientadora e amiga por me fazer amar a pesquisa;

Maria Norberta Neves Correia de Pinho, pela colaboração e parceria;

Aos professores,

Herman Jacobus Cornelis Voorwald, pelos ensinamentos e incentivos;

Viriato Semião e Vítor Geraldes, pela colaboração e apoio;

Aos técnicos,

Manoel Francisco dos Santos Filho, Lucas Fernandes Rana, José Manoel Bernardes, Odir Vieira da Silva, Ely de Almeida Fornitano pelo esforço e dedicação;

À seção de pós-graduação,

Regina Célia Galvão Faria Alves, Sidney Eustaquio Ramos Rabelo, Maria Cristina Silva de Oliva e Juliana Casella, pela paciência e ajuda;

Aos amigos do grupo de pesquisa GFMA – Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos,

Sérgio Roberto Montoro, Marcos Yutaka Shiino, Midori Yoshikawa Pitanga, Kelly Cristina Coelho de Carvalho Benini, Thatiane Brocks, Tessie Gouvêa da Cruz, Paulo Henrique Fernandes Pereira, João Pedro Aquiles Carobolante pelo companheirismo, ajuda e apoio;

E aos meus amigos,

Valéria Aparecida Eugenio de Menezes Cavalcante, Katia Facci, Maria Cândida Magalhães de Faria, Cirlene Fourquet Bandeira, Alexandre Giacobbo pelo apoio, carinho e amizade.

APOIO FINANCEIRO

Este trabalho contou com o apoio:

- CAPES-DS e
- CAPES PDEE – processo nº 4833/10-4

MILANESE, A. C. **Processamento e caracterização de compósito fibra de sisal/resina epóxi via RTM.** 2012. 123f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

RESUMO

O desenvolvimento de compósitos formados por matrizes poliméricas e reforçados com fibras naturais ganhou notável interesse na pesquisa, a partir da década de 90. A elevada demanda por compósitos, aliada à regulamentação das leis ambientais, tornou indispensável o aperfeiçoamento e o desenvolvimento de técnicas de processamento menos poluentes, com a utilização de matérias-primas provenientes de fontes naturais e, consequentemente, com menor custo envolvido. Esta pesquisa dá continuidade aos estudos do mestrado e se fundamenta no desenvolvimento do compósito polimérico com matriz de resina epóxi reforçado por fibras naturais de sisal, para uso como material de reforço em estruturas de madeira cuja integridade esteja afetada. Diante do exposto, esta pesquisa envolve o desenvolvimento e o estudo do comportamento do compósito sisal/epóxi processado via moldagem por transferência de resina (RTM). A caracterização das matérias-primas empregadas na preparação do compósito ocorreu pela determinação da massa específica, da porosidade do tecido, das análises térmicas por meio das técnicas de termogravimetria (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise dinâmico-mecânica (DMA), pelas resistências à tração e à flexão e também pelo estudo da permeabilidade do tecido de sisal. Em sequência, o trabalho apresenta o processamento e as caracterizações térmicas, físicas e mecânicas de laminados planos do compósito de matriz epóxi reforçada com duas camadas do tecido *plain-weave* de sisal, processados via RTM. Os laminados obtidos foram ensaiados em tração, flexão, ultrassom (C-Scan), TGA, DSC, DMA, além da determinação da massa específica. As análises termogravimétricas indicaram que a temperatura inicial de degradação do compósito é de 182ºC. A T_g – temperatura de transição vítrea, determinada por DSC e por DMA, é de 49,0^{o}C e 45,2^{o}C, respectivamente. Os ensaios mecânicos do compósito sisal/epóxi mostraram valores de 36 MPa para resistência à tração, 75 MPa para resistência à flexão, 2,19 GPa para módulo elástico em tração e 3,86 GPa para o módulo elástico em flexão.

PALAVRAS-CHAVE: Compósito polimérico, Fibras naturais, Fibra de sisal, Resina epóxi, Reforço em estruturas de madeira.

MILANESE, A. C. **Processing and characterization of sisal fiber/epoxy composite by RTM.** 2012. 123f. Thesis (Doctorate in Mechanical Engineering) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

ABSTRACT

Polymeric composites reinforced with natural fibers has obtained considerable interest in the research area, when from the 90's, the high demand by composites and with the environmental laws regulation become indispensable the improvement and development of processing techniques with less pollutants, that involves the use of raw materials from natural sources and, therefore, with low cost. The objective of this work is continue a research line beginning in the master's studies, that is based on the polymeric composite development using epoxy resin reinforced with natural sisal fibers, to apply as reinforcement to restore timber structures, whose integrity was affected. So, this research proposes to develop the sisal/epoxy composite, processed by resin transfer molding (RTM) and to characterize the raw materials, regarding to density, thermal analysis techniques using thermogravimetry (TGA/DTG), differential scanning calorimetry (DSC) and dynamic mechanical analysis (DMA), mechanical tests as tensile and flexural and permeability of the woven sisal fabric. Subsequently, the epoxy/two layers of woven plain-weave sisal laminated composite was scanned by ultrasound and characterized with respect of thermal analysis, physical and mechanical characterizations. Thermogravimetry analysis suggests that the onset degradation temperature of composite is 182°C. The glass transition temperature (T_g), determined from DSC and DMA, is 49.0°C and 45.2°C, respectively. The mechanical tests showed values of 36 MPa for tensile strength, 75 MPa for flexural strength, 2.19 GPa for tensile modulus and 3.86 GPa for flexural modulus.

KEYWORDS: Polymeric composite, Natural fibers, Woven sisal fabric, Epoxy resin, Timber structure reinforcement.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	-	American Society for Testing and Materials
CAPES	-	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
DCTA	-	Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial
DMA	-	Análise Dinâmico-Mecânica
DMT	-	Departamento de Materiais e Tecnologia
DP	-	Desvio-padrão
DS	-	Demanda Social
DSC	-	Calorimetria Exploratória Diferencial
DTG	-	Termogravimetria Derivada
FEG	-	Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá
GFMA	-	Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos
INPE	-	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
IST	-	Instituto Superior Técnico
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura
NaOH	-	Hidróxido de sódio
PDEE	-	Programa de Doutorando no Brasil com Estágio no Exterior
PU	-	Poliuretano
RTM	-	Moldagem por Transferência de Resina
SC	-	Estado de Santa Catarina
SP	-	Estado de São Paulo
TGA	-	Termogravimetria
T_g	-	Temperatura de Transição Vítrea
TMA	-	Análise termomecânica
UNESP	-	Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”
USP	-	Universidade de São Paulo
UTL	-	Universidade Técnica de Lisboa

LISTA DE SÍMBOLOS

Z	Impedância acústica
ρ	Massa específica
c	Velocidade acústica
f	Frequência
λ	Comprimento de onda
p	Pressão final
p_0	Pressão inicial
α_c	Coeficiente de atenuação
d_{onda}	Distância atravessada pela onda
K_{sat}	Permeabilidade
Q	Taxa do fluxo volumétrico
$\Delta P/\Delta L$	Pressão por unidade de comprimento
μ	Viscosidade do fluxo
A	Área média da seção
$\langle v \rangle$	Velocidade média
v	Velocidade linear
ϕ	Porosidade
d_f	Diâmetro da fibra
ΔP	Diferença de pressão
P_{inj}	Pressão de injeção
t	Tempo
x	Distância percorrida pelo fluxo
v_f	Fração volumétrica do tecido
V_f	Volume ocupado pelas fibras
V_c	Volume total do compósito
m_f	Massa das fibras
m_c	Massa do compósito
h	Teor de umidade
m_{final}	Massa final após secagem em estufa a 105^{o}C
m_0	Massa inicial
ε_t	Alongamento em tração

L	Comprimento da amostra
L_0	Comprimento inicial da amostra
W_u	Largura da área útil
WO	Largura total
L_u	Comprimento da área útil
LO	Comprimento total
R	Raio
T	Espessura
σ_f	Tensão em flexão
P	Carga
L_s	Distância entre apoios
b	Largura da amostra
d	Espessura da amostra
ε_f	Deformação em flexão
D	Deflexão no centro da amostra
E’	Módulo de armazenamento
E’’	Módulo de perda
tan δ	Amortecimento mecânico
σ	Desvio-padrão da população
H_0	Hipótese nula
H_1	Hipótese alternativa
$\bar{x}$	Média da amostra
$t_{n_1+n_2-2}$	t de *Student* para n_1+n_2-2 graus de liberdade
α	Nível de significância
Δ	Valor testado da média
S_p	Estimativa da média populacional
n	Tamanho da amostra
s^2	Variância da amostra
v	Valor crítico corrigido
g	Aceleração da gravidade
Δh	Diferença de cota da interface dos fluidos entre os dois lados do manômetro em U

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS
LISTA DE SÍMBOLOS

PARTE I – FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA 15
1.1 OBJETIVOS 17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 19
2.1 GERAL 19
2.1.1 Resina epóxi 19
2.1.2 Fibra de sisal 20
2.1.3 Compósitos poliméricos reforçados por fibras 23
2.2 ESTADO DA ARTE 26
2.2.1 Processamento via RTM 26
2.2.2 Permeabilidade do tecido de sisal 29
2.2.3 Compósitos poliméricos processados via RTM 31
2.2.4 Inspeção acústica por ultrassom 32

PARTE II – PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3 MATERIAIS E MÉTODOS 36
3.1 RESINA EPÓXI 36
3.2 FIBRA DE SISAL 37
3.3 POROSIDADE DO TECIDO DE SISAL 38
3.4 MASSA ESPECÍFICA 39
3.5 VISCOSIDADE DA RESINA EPÓXI 39
3.6 ANÁLISE TÉRMICA 39
3.6.1 Termogravimetria 40
3.6.2 Calorimetria Exploratória Diferencial 40
3.6.2.1 Cura da resina epóxi 40
3.6.2.2 Determinação da temperatura de Transição Vítrea - T_g 41
3.6.3 Análise Dinâmico-Mecânica 42
3.7 PERMEABILIDADE DO TECIDO DE SISAL 43

3.8 SIMULAÇÃO DA PERMEABILIDADE - PROGRAMA myRTM 45
3.9 PROCESSAMENTO DOS COMPÓSITOS 47
3.10 ANÁLISE ACÚSTICA POR ULTRASSOM 50
3.11 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO 52
3.11.1 Resina Epóxi 53
3.11.2 Compósito sisal/epóxi 53
3.12 RESISTENCIA À FLEXÃO 54
3.13 ANÁLISE ESTATÍSTICA – COMPARAÇÃO DE DUAS MÉDIAS 55
3.13.1 Dados não emparelhados – primeiro caso 56
3.13.2 Dados não emparelhados – segundo caso 56
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES 58
4.1 POROSIDADE DO TECIDO DE SISAL 58
4.2 MASSA ESPECÍFICA 59
4.2.1 Fibra de sisal 59
4.2.2 Resina epóxi 59
4.2.3 Compósito sisal/epóxi 60
4.3 VISCOSIDADE DA RESINA EPÓXI 61
4.4 ANÁLISE TÉRMICA 62
4.4.1 Termogravimetria 62
4.4.1.1 Fibra de sisal 62
4.4.1.2 Resina epóxi 64
4.4.1.3 Compósito sisal/epóxi 65
4.4.2 Calorimetria Exploratória Diferencial 68
4.4.2.1 Resina epóxi 68
4.4.2.2 Compósito sisal/epóxi 72
4.4.3 Análise Dinâmico-Mecânica 73
4.4.3.1 Resina Epóxi 73
4.4.3.2 Compósito sisal/epóxi 75
4.4.3.3 Resina epóxi X Compósito sisal/epóxi 77
4.5 PERMEABILIDADE DO TECIDO DE SISAL 80
4.6 SIMULAÇÃO DA PERMEABILIDADE – PROGRAMA myRTM 82
4.7 ANÁLISE ACÚSTICA POR ULTRASSOM (C-Scan) DO COMPÓSITO 84
4.8 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO 87
4.8.1 Resina Epóxi 87
4.8.2 Compósito sisal/epóxi 88

4.9 RESISTÊNCIA À FLEXÃO 91
4.9.1 Resina Epóxi 91
4.9.2 Compósito sisal/epóxi 92
5 CONCLUSÕES 96
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 98
REFERÊNCIAS 99
APÊNDICE A – Permeabilidade do tecido de sisal (uma camada de tecido) 110
APÊNDICE B – Placa I: localização dos corpos de prova em relação ao mapa C-Scan e aos valores de resistência mecânica obtidos, em MPa 114
APÊNDICE C – Análise estatística: Cálculos 115
ANEXO A – Valores médios de resistências e rigidez de algumas madeiras dicotiledôneas e de florestamento 122
ANEXO B – Distribuição *t* de *Student* – valores de $t_{v,P}$, onde $P = P\,(t_v \geq t_{v,P})$ 123

PARTE I - FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

O desenvolvimento de compósitos formados por matrizes poliméricas reforçadas por fibras naturais envolve, nos dias de hoje, uma das áreas de maior interesse na pesquisa de compósitos.

Há mais de 60 anos, os compósitos foram empregados pela primeira vez em projetos estruturais da indústria aeronáutica. Porém, com os avanços das técnicas de processamento e com a necessidade do decréscimo dos custos dos materiais, os compósitos passaram a ser utilizados também nos setores náuticos, automobilísticos, da construção civil e na área médica (ALVES, 2006).

Contudo, a elevada demanda desses materiais e a regulamentação das leis ambientais no que diz respeito ao uso e destino final de fibras e resinas sintéticas, a partir da década de 90, tornou indispensável o aperfeiçoamento e o desenvolvimento de técnicas de processamento menos poluentes, com as utilizações de matérias-primas provenientes de fontes naturais e, consequentemente, com menor custo envolvido.

Esta pesquisa, que dá continuidade aos estudos do mestrado, se fundamenta no desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados por fibras naturais para uso como material de reforço em estruturas de madeira, cuja integridade esteja afetada.

Sendo a madeira uns dos materiais mais empregados em estruturas, é encontrada amplamente em nossas construções atuais e edificações históricas. Porém, com as rápidas transformações do meio ambiente e do estilo de vida dos grupos sociais, as edificações históricas acabaram sofrendo modificações ao longo da sua existência e problemas relacionados à durabilidade são comumente encontrados nessas edificações (MILANESE e BITTENCOURT, 2006).

A história das diversas construções consideradas patrimônio arquitetônico apresenta aspectos coincidentes: as estruturas são em madeira, passaram várias décadas sem qualquer manutenção, as estruturas estiveram submetidas ao ataque de agentes de degradação e, atualmente, os projetos de revitalização urbanística dos centros históricos requerem mudanças no caráter dos imóveis (CARVALHO, 2005).

Como citado anteriormente por Milanese (2008), a reabilitação de componentes estruturais de madeira pode ser realizada por meio dos métodos **tradicionais** – pelos quais a estrutura original é substituída por nova peça, nas mesmas dimensões e com propriedades

semelhantes à original, **mecânicos** – nos quais os reparos estruturais são realizados com conectores metálicos e por **adesivos** – sendo utilizados adesivos poliméricos combinados com peças metálicas para a recuperação da estrutura (FIORELLI[1], 2002 apud METTEM e ROBINSON, 1991).

Considerando-se que, muitas vezes, a restauração de componentes estruturais de madeira ocorre com a utilização de materiais que apresentam elevada massa específica, baixa resistência a temperaturas elevadas, no caso de incêndios, e susceptibilidade às intempéries, tornando complexo o trabalho de recuperação (CRUZ, 2004), o desenvolvimento de novos materiais e métodos que auxiliem a realização desses serviços em obras especiais é fundamental e pode permitir adequação da resistência às solicitações mecânicas e à durabilidade.

A área de restauração dos patrimônios históricos brasileiros procura novas combinações de materiais e modos de processamento, com o intuito de melhorar o desempenho dos reforços necessários para a recuperação. O reforço deve também manter a segurança da estrutura reparada e, sendo produzido em compósito, além de sustentar a estrutura devidamente, é muito mais leve e esteticamente mais atraente do que o de metal.

Com a intenção de otimizar o uso de reforços e, baseando-se em estudos anteriores, esta pesquisa pretende desenvolver e estudar o comportamento do compósito polimérico de matriz epóxi reforçada com fibras de sisal, processado via moldagem por transferência de resina (RTM), a fim de se alcançar resultados adequados para a aplicação deste material como reparo, reforçando estruturas de madeira.

Os principais objetivos com a utilização do RTM são minimizar espaços vazios comumente encontrados em compósitos processados por compressão, pelo controle da temperatura e velocidade do fluxo da resina injetada, controlar a emissão de voláteis, bem como a temperatura de cura. Para tanto, deverão ser consideradas as variáveis envolvidas no processo como, as localizações dos orifícios de injeção e respiro do molde, pressão de injeção, temperatura do molde, geometria do molde e as matérias-primas empregadas.

As fibras sintéticas, com maiores aplicações estruturais, são as de vidro e de carbono, porém a utilização das fibras naturais, como material de reforço, em compósitos poliméricos se mostra como uma alternativa viável e econômica.

---

[1] METTEM, C. J.; ROBINSON, G. C. The repair of structural timber. In: INTERNATIONAL TIMBER ENGINEERING CONFERENCE LONDON, 1991, London. **Anais**… London. p. 4.56-4.65.

As fibras naturais apresentam inúmeras vantagens, tais como: baixa massa específica, fácil manuseio, provêm de fonte renovável, atuam como isolantes térmicos, elétrico e acústico, não são tóxicas, além de apresentarem baixo custo, quando comparadas com as fibras sintéticas.

Segundo os pesquisadores Calil Jr. e Carvalho (2002), a fibra de sisal apresenta cerca de 38% do valor da resistência da fibra de vidro, mostrando que o desenvolvimento de compósitos com fibras de sisal, destinado ao uso estrutural, justifica-se como um projeto consistente e uma alternativa para aplicações específicas.

O principal interesse em estudar a fibra de sisal como matéria-prima na produção de compósitos é o fato desse material derivar de fonte renovável, assim como a madeira, contribuindo, deste modo, para a preservação ambiental. Matérias-primas provenientes de fontes naturais são de grande interesse à área de pesquisa, pois podem substituir algumas fibras originadas de derivados petroquímicos, além de gerar fonte de renda a região semiárida, pois o uso de fibras naturais proporciona emprego às populações rurais.

Inicialmente, este trabalho apresenta as caracterizações físicas e os comportamentos térmicos e mecânicos das matérias-primas empregadas na obtenção do compósito, tais como: determinação da massa específica, análise térmica, resistências à tração e à flexão.

Este trabalho também apresenta o estudo de permeabilidade do tecido de sisal, o processamento via RTM e a inspeção por ultrassom do compósito, além das propriedades térmicas obtidas por meio da termogravimetria (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise dinâmico-mecânica (DMA).

Finalmente, são apresentadas as propriedades mecânicas em tração e flexão dos laminados de compósito compostos por duas camadas de reforço.

1.1 OBJETIVOS

De modo a ampliar o uso de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais na área da engenharia, como por exemplo, na engenharia civil, com a aplicação no campo da restauração (obras históricas) e de reparos, reforçando estruturas de madeira danificadas; ou mesmo utilizando como componente secundário em diversos usos; além da engenharia de materiais no campo de processamento de materiais ou no setor de preparação de ferramental, no caso de moldagem de baixo custo. O presente trabalho tem como objetivo o processamento e a caracterização de compósitos poliméricos baseados em resina epóxi reforçada com tecido de fibra de sisal pelo uso da técnica RTM.

Especificamente, a pesquisa irá analisar os comportamentos térmicos, físicos e mecânicos das matérias-primas envolvidas na confecção do compósito, bem como para o compósito em forma de placa plana. Assim, para a validação deste estudo pretende-se:

a) Estudar as propriedades físicas e químicas das matérias-primas: fibra de sisal e matriz epóxi;
b) Caracterizar mecanicamente a resina epóxi por meio dos ensaios de tração e flexão;
c) Processar o compósito via RTM, em molde plano;
d) Analisar qualitativamente por ultrassom (C-Scan) o laminado produzido;
e) Caracterizar as propriedades mecânicas do compósito com os ensaios de tração e flexão;
f) Caracterizar as propriedades térmicas da fibra de sisal, da resina e do compósito por meio das técnicas de TGA, DSC e DMA.

Mérito e Contribuição:

O mérito desta pesquisa está na concepção e caracterização de compósitos laminados para uso como reforço de estruturas em madeira, de forma a auxiliar na área de restauração de edificações atuais e históricas.

Esta pesquisa tem por meta contribuir para melhorias em soluções estruturais, em casos onde as técnicas convencionais, que utilizam materiais de elevada massa específica e baixa resistência a temperaturas elevadas, no caso de incêndios, não são recomendadas. Portanto, busca propor novas técnicas na incorporação de conhecimentos e tecnologias aos processos construtivos.

Em paralelo, esta pesquisa é nitidamente de caráter aplicativo e se apóia no princípio de que a engenharia contemporânea deva, por meio das novas tecnologias e desenvolvimento de materiais, apresentar soluções para as patologias construtivas de edificações de interesse sócio-cultural.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica foi organizada com o intuito de apresentar o histórico e as aplicações dos materiais, as recentes pesquisas correlatas e os fundamentos necessários à compreensão do trabalho por profissionais de diferentes formações.

2.1 GERAL

2.1.1 Resina epóxi

Segundo o ASM Handbook (2001), um grande número de sistemas poliméricos pode ser utilizado como matriz no processamento por RTM, incluindo as resinas poliéster, acrílica, fenólica, epóxi e bismaleimidas. Entretanto, as resinas comumente aplicadas nesse processo são os sistemas epóxi e o poliéster insaturado (MAZUMDAR, 2002).

A resina epóxi é uma resina sintética obtida por reações de condensação e é caracterizada pela presença de anéis epóxi, que são grupos constituídos por um átomo de oxigênio ligado a dois átomos de carbono, formando uma estrutura cíclica, sendo que a reação do grupo epóxi com um agente reticulante adequado (agente de cura) resulta em uma estrutura molecular tridimensional, Figura 2.1 (ALVES, 2006; MANO E MENDES, 1999).

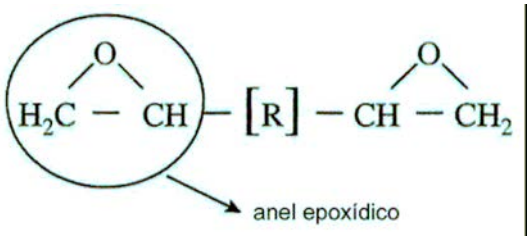


Figura 2.1 - Estrutura molecular da resina epóxi (ALVES, 2006)

Atualmente, são comercializados quatro tipos de resinas epóxi (SILAEX, 2011):

1) Resinas epóxi à base de bisfenol A: são as mais utilizadas por serem versáteis e de menor custo. São provenientes da reação de epicloridrina e bisfenol A. Podem ser líquidas, semissólidas ou sólidas, dependo da massa molar (Figura 2.2);

2) Resinas epóxi à base de bisfenol F: a troca do bisfenol A pelo bisfenol F proporciona maior estrutura tridimensional, ou seja, maior quantidade de ligações cruzadas, resultando em melhores desempenhos mecânico, químico e térmico, principalmente quando curada com

aminas aromáticas ou anidridos;

3) Resinas epóxi bromada: são à base de epicloridrina, bisfenol A e tetrabromobisfenol A. Devido à presença das moléculas adicionais de bromo, confere a característica de autoextinguível (antichama);

4) Resinas epóxi flexível: possuem longas cadeias lineares substituindo os bisfenóis por poliglicóis pouco ramificados, são resinas de baixa reatividade e normalmente utilizadas como flexibilizantes reativos em outras resinas, melhorando a resistência ao impacto com acréscimo da flexibilidade.

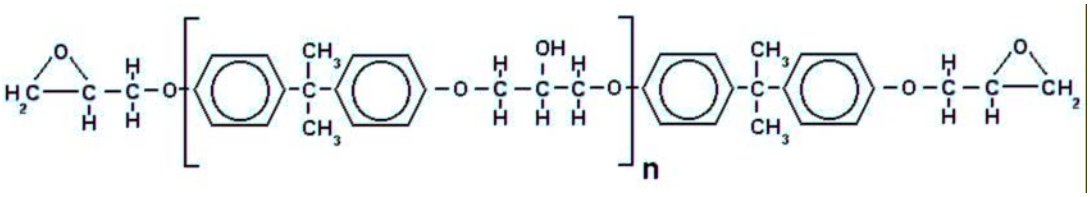


Figura 2.2 - Estrutura molecular da resina epóxi à base de bisfenol A (ALVES, 2006)

Atualmente, segundo os pesquisadores Raquez et al. (2010) quase 90% da produção mundial dessa classe de polímeros, são da resina epóxi à base de bisfenol A.

Os principais agentes de cura ou endurecedores para sistemas bicomponentes que participam das reações de condensação são as aminas primárias, as aminas alifáticas, os adutos de aminas alifáticas, as poliamidas, as aminas cicloalifáticas, os anidridos, as amidoaminas e as aminas aromáticas. Dependendo do agente de cura utilizado, a resina tem características, tais como: dureza, resistência ao impacto, rapidez na reação, brilho e elasticidade (ASM HANDBOOK, 2001; RESEPOX, 2012). Importante ressaltar que, para sistemas tricomponentes há também a presença do acelerador.

As resinas epóxi utilizadas em compósitos de alto desempenho apresentam elevada resistência mecânica e boa resistência à degradação ambiental, sendo comumente aplicadas nas indústrias aeronáutica e naval.

2.1.2 Fibra de sisal

A fibra de sisal é uma fibra vegetal de natureza celulósica retirada das folhas da planta **Agave sisalana**, uma monocotiledônea originária da região da península de Iucatã, no México, cultivada pelos Maias antes da chegada dos europeus (SAHEB e JOG, 1999; JACOB et al., 2006a; JACOB et al., 2006b).

Sua produção em larga escala começou a partir de 1888 sendo, então, sua plantação propagada para regiões tropicais e subtropicais. Atualmente, existem 57 espécies de sisal catalogadas (SAHEB e JOG, 1999; JACOB et al., 2006a; JACOB et al., 2006b).

A planta apresenta folhas estreitas e compridas com ápice pontiagudo, medindo de 10 cm a 15 cm de largura e 120 cm a 160 cm de comprimento, de cor verde lustrosa que crescem em torno de um bulbo central (Figura 2.3).

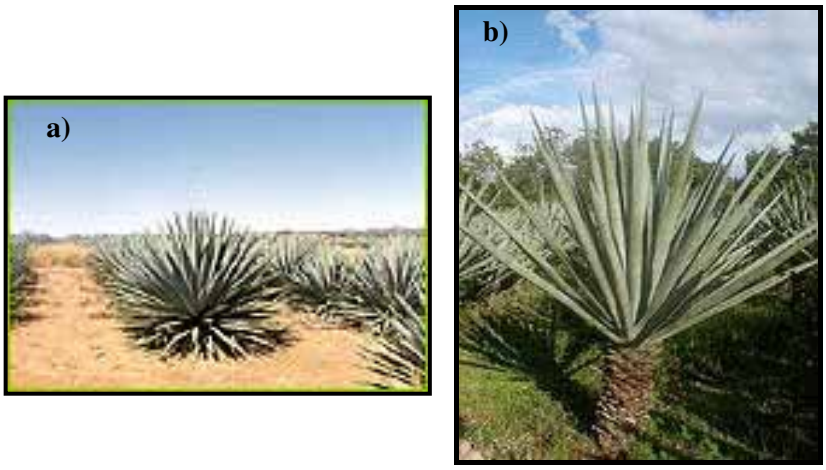


Figura 2.3 – Sisal: a) antes do 1º corte (VORTAL, 2005),
b) após o corte (WIKIPÉDIA, 2005)

No Brasil, a cultura sisaleira começou a ser difundida a partir de 1920, no estado da Paraíba (SILVA, 2003). Devido à sua adaptação as regiões muito secas, com solos rasos, pedregosos e com chuvas escassas, em 2011, os principais produtores foram os estados da Bahia com 96,8% da produção nacional, Paraíba com 2,65%, Ceará com 0,35% e Rio Grande do Norte com 0,2% (IBGE, 2012). Sendo assim, o cultivo do sisal tem grande importância sócio-econômica nos sertões do nordeste brasileiro, região semiárida.

O Brasil é o maior exportador de sisal do mundo, com uma produção anual de 283.141 toneladas, em 2011, contribuindo com 66% da safra mundial e exportando a maior parte da sua produção (70%, em 2011) para a China, Europa e Estados Unidos da América (IBGE, 2012; IJSC, 2012; APEX, 2006).

Segundo Gomes (2005), a partir dos anos 60, com o aumento da produção das fibras sintéticas e a falta de crédito para a recuperação dos campos de sisal, o mercado entrou em declínio aumentando a pobreza nas regiões produtoras, crescendo a necessidade de estudos para novos usos do sisal.

Do sisal utilizam-se principalmente as fibras das folhas que depois de beneficiadas se destinam à indústria de cordoaria na confecção de fios, cordas, cortinas, tapetes, sacos e

vassouras; à indústria automobilística, nos revestimentos das paredes traseiras e laterais dos caminhões leves e médios, em substituição às fibras de vidro, e como material para estofamento; e aos artigos ornamentais como artesanatos e acessórios: rede para pesca, esteira de praia, bolsas, descanso de prato, arranhador para gatos, etc.

As fibras de sisal classificam-se no grupo de fibras chamadas **estruturais**, cuja função é a de dar sustentação e rigidez às folhas.

Cada folha de sisal contém, em média, 4% em massa de fibras. Dos 96% restantes, 87,25% são líquidos (suco) e 8,75% são os resíduos secos de desfibragem (resíduos da mucilagem péctica e da seiva clorofílica) e podem ser utilizados como adubo orgânico e ração animal (SAHEB e JOG, 1999; LI et al., 2000; MATTOSO et al.[2], 1997 apud SILVA, 2003).

A obtenção da fibra do sisal se processa em quatro etapas: corte das folhas (Figura 2.4a); desfibramento – esmagamento da folha para eliminação da polpa das fibras (Figura 2.4b); lavagem e secagem (Figura 2.4c); e a limpeza das fibras (EMBRAPA, 2006).

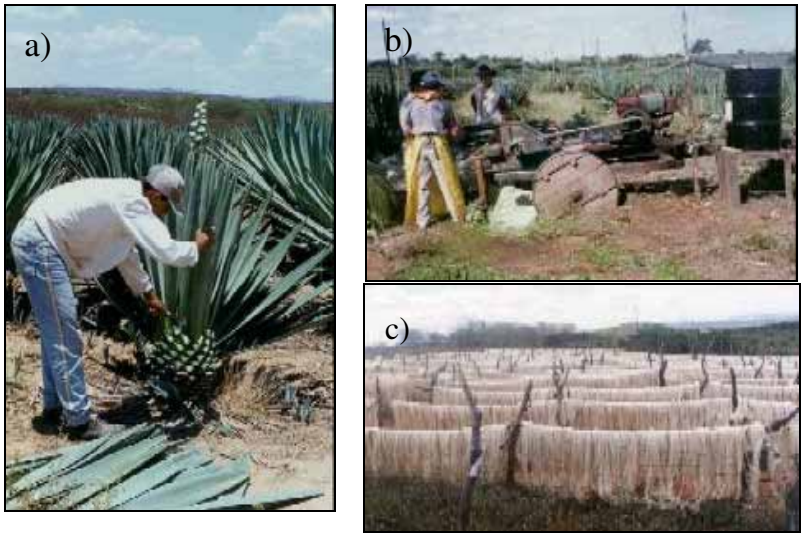


Figura 2.4 – Processamento da fibra de sisal: a) corte, b) máquina de desfibramento e c) secagem. (EMBRAPA, 2006)

A microestrutura das fibras naturais é formada pela matriz amorfa de hemicelulose e lignina reforçada pela celulose. Essa celulose consiste em microfibrilas distribuídas ao longo do comprimento das fibras de sisal. Geralmente, as fibras de sisal contêm 66-78% de celulose, 10-14% de lignina, 10-14% de hemicelulose e de 10-22% de umidade, em massa (TAJ, MUNAWAR, KHAN, 2007).

---

[2] MATTOSO, L. H. C.; FERREIRA, F. C.; CURVELO, A. A. S. Sisal fiber: morphology and applications in polymer composites. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON LIGNOCELLULOSICS-PLASTICS COMPOSITES, 1997, Botucatu. **Anais**… Botucatu, São Paulo: USP; UNESP. p. 241-266.

Segundo Paiva e Frollini (2006), a celulose é um polissacarídeo natural semicristalino formado por unidades de 1,4-β – D-glicopiranosil. A hemicelulose é formada por copolímeros de diferentes monossacarídeos, que raramente existem na forma cristalina e a lignina é constituída por anéis aromáticos fenólicos.

As propriedades da fibra dependem das propriedades de cada constituinte da microestrutura, além de variar em função da origem e da idade da planta (LI et al., 2000 e MISHRA et al., 2004). A hemicelulose é responsável pela biodegradação e pela absorção de umidade da fibra, além de apresentar menor resistência, enquanto que a lignina é termicamente estável, mas é responsável pela degradação ultravioleta (SAHEB e JOG, 1999).

Segundo Li, Mai e Ye (2000), o custo das fibras de sisal é o equivalente a 1/25 da fibra de carbono e a 1/9 da fibra de vidro.

2.1.3 Compósitos poliméricos reforçados por fibras

Segundo a ASTM D3878 (2007), o material compósito é formado por dois ou mais constituintes não solúveis entre si, que são combinados para formar um material de uso na engenharia e com propriedades mais atrativas do que as de seus constituintes individuais.

Os compósitos podem ser formados por meio da combinação de materiais metálicos, cerâmicos e polímeros, sendo que as possíveis combinações dependem das condições de processamento e da aplicação final (SILVA, 2003 e NOGUEIRA, 2004).

Para Silva (2003), os polímeros são os materiais mais utilizados como matriz, devido à sua leveza e facilidade na moldagem, e Kaw (1997) complementa com baixo custo. Em relação ao peso, quando esse é um fator preponderante, os materiais compósitos poliméricos passaram a substituir os metais em aplicações estruturais nas indústrias aeronáuticas e automotivas (NOGUEIRA, 2004).

Com um processamento adequado, é possível obter compósitos com baixa massa específica, inferior à dos metais e cerâmicas, elevada tenacidade, estabilidade térmica, resistência à fadiga, resistência mecânica e resistência à corrosão nas condições ambientes e a temperaturas elevadas (NOGUEIRA, 2004, CIOFFI et al., 2011).

De acordo com a ASM Handbook (2001), para que em um compósito o reforço atue como tal, a fração volumétrica da fase descontínua (reforço) deve ser de, aproximadamente, 10% ou mais.

Segundo Gay; Hoa e Tsai (2002), as características dos compósitos são definidas em

função da combinação entre o reforço e a matriz. Sendo que, uma das funções da matriz é envolver o reforço e, em seu papel de matriz, permite a transmissão dos esforços atuantes no componente através da interface (GAY, HOA, TSAI, 2002).

As fases constituintes (material) variam de acordo com suas quantidades relativas e geometria, consequentemente, as características dos compósitos dependem das proporções utilizadas entre reforço e matriz. Portanto, devem ser consideradas a forma (normalmente são circulares) e formato do reforço (fibras unidirecionais, aleatórias, em tecido), a distribuição e a sua orientação (unidirecional, bi ou multidirecional) (KAW, 1997), além do processo de fabricação e da interação interfacial.

Compósitos para aplicações estruturais podem utilizar fibras como agente de reforço, sendo que as fibras podem ser contínuas (longas) ou descontínuas (curtas), alinhadas ou com distribuição aleatória, podendo ser em forma de fios, mantas ou tecidos com diferentes arquiteturas (SILVA, 2003). Portanto, o material das fibras tem influência direta sobre as propriedades do compósito e, normalmente, se espera que as fibras tenham elevados módulo de elasticidade e resistência mecânica.

Fibras contínuas são fáceis para orientar e processar, enquanto que fibras curtas não podem ser inteiramente controladas para a orientação apropriada. As fibras longas fornecem muitas vantagens sobre as fibras curtas, tais como resistência ao impacto, estabilidade dimensional. Entretanto, fibras curtas proporcionam baixo custo, são fáceis de trabalhar e têm rápido procedimento de fabricação, além de apresentarem poucos defeitos.

As fibras quando orientadas em uma direção fornecem elevada rigidez e resistência nessa direção, também quando orientadas em mais de uma direção, são observadas essa propriedades nas determinadas direções. Para Kaw (1997) e Callister Jr. (2002), o comportamento mecânico de um compósito reforçado com fibras não depende somente das propriedades da fibra e da matriz, mas também de como a carga aplicada é transmitida para as fibras pela fase matriz por meio da interface entre esses componentes. A magnitude da ligação interfacial entre as fases fibra e matriz é importante para a extensão dessa transmissão de carga. As ligações químicas, mecânicas e de reação entre fibra e matriz são responsáveis pela formação dessa interface (KAW, 1997).

A ligação química é formada entre a superfície da fibra e a matriz. Algumas fibras se aderem naturalmente à matriz, enquanto outras não. O travamento causado pela rugosidade natural ou marcas da superfície da fibra pode formar uma adesão mecânica entre fibra e matriz. A ligação de reação ocorre quando átomos ou moléculas da fibra e da matriz se difundem na interface, onde essa interdifusão frequentemente cria uma camada interfacial

distinta, chamada de interfase, com propriedades diferentes da fibra ou da matriz (CIOFFI, 1996). Embora essa fina camada interfacial ajude a formar uma ligação, ela também forma microfissuras na fibra, que reduzem a resistência da fibra e, consequentemente, a do compósito (KAW, 1997).

Interfaces fracas podem causar fissuras em compósitos, fazendo com que suas propriedades fossem influenciadas pela matriz e permitindo que perigos ambientais como gases quentes e a umidade ataquem as fibras (KAW, 1997).

Nos compósitos reforçados com fibras, essas podem ser sintéticas ou naturais, dispostas contínua ou descontinuamente. Aqueles com fibras contínuas normalmente apresentam melhor resistência mecânica, com propriedades mecânicas ortotrópicas, que conduzem a mecanismos de falhas específicos, quando comparado aos compósitos com fibras descontínuas. Já os compósitos com fibras descontínuas apresentam comportamento isotrópico em uma escala macroscópica, apresentando resistência e rigidez elevadas na direção das fibras, porém, baixo desempenho na direção transversal às mesmas e, nesse caso, a resistência mecânica e a rigidez são controladas pelas propriedades da matriz (HYER[3], 1998 apud SILVA, 2003).

Para carregamentos multiaxiais, geralmente, são utilizados compósitos laminados, formados pela união de várias lâminas com diferentes orientações. Nesse caso, o desempenho dependerá do tipo de fibra e matriz, volume de fibra e sequência de empilhamento das lâminas (HYER[3], 1998 apud SILVA, 2003).

O desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados com fibras teve início em 1908 com fibra de celulose e resina fenólica e mais tarde estendeu-se para as resinas ureia e melamina, e a partir de 1940 o desenvolvimento avançou pelo uso da fibra de vidro em poliésteres insaturados (MOHANTY, MISRA, DRZAL, 2005).

O uso das fibras naturais pela indústria automobilística em revestimentos internos de carros, ônibus e caminhões, pela construção civil como reforço em concreto e estruturas caracterizam um mercado em expansão (MOTHÉ e ARAUJO, 2004).

Matérias-primas provenientes de recursos naturais são de grande interesse à área de pesquisa, pois contribuem ao controle ambiental, uma vez que substituem algumas fibras originadas de derivados petroquímicos.

---

[3] HYER, M. W. **Stress analysis of fiber-reinforced composite materials**. New York: WCB/ McGraw-Hill, 1998.

Fibras lignocelulósicas, tais como curauá, coco, juta, sisal, rami, bagaço de cana-de-açúcar, cânhamo, linho, banana e abacaxi têm sido estudadas como material de reforço em compósitos.

Esse material apresenta inúmeras vantagens, como baixa massa específica, baixo desgaste superficial em equipamentos de produção como extrusoras, fácil manuseio, provém de recurso renovável e biodegradável, atuam como isolantes térmicos, elétricos e acústicos, não são tóxicas e são de baixo custo, quando comparadas às fibras sintéticas (SAHEB e JOG, 1999; CALIL JR. e CARVALHO, 2002; SILVA, 2003; MOTHÉ e ARAUJO, 2004).

Como as fibras naturais são hidrofílicas e constantemente trocam umidade com o ambiente, em geral, o teor de umidade dessas fibras pode variar em torno de 5% a 20%, porém, essa característica afeta diretamente as propriedades mecânicas dos compósitos, porque a umidade pode conduzir a processamentos desfavoráveis e a produtos porosos (SAHEB e JOG, 1999).

Segundo Li, Mai e Ye (2000), para modificar a estrutura superficial da fibra, de modo a melhorar o contato entre fibra e matriz, além de reduzir a absorção d'água, são utilizados os tratamentos químicos e térmicos.

2.2 ESTADO DA ARTE

2.2.1 Processamento via RTM

A moldagem por transferência de resina (RTM), conhecida internacionalmente por *resin transfer molding*, segundo Alves (2006), é realizada para o processamento de compósitos de matriz polimérica reforçada por fibras, visando aplicações de alto desempenho nas indústrias aeronáutica, espacial, naval, automotiva, civil, desportiva e biomédica.

O processamento via RTM consiste na introdução de resina líquida dentro de um molde rígido e fechado, que é formado por duas partes, sob pressão por meio da aplicação de vácuo (MAZUMDAR, 2002; RODRÍGUEZ et al., 2004), sendo que o reforço seco, em forma de manta ou tecido, é colocado e comprimido dentro da cavidade do molde. O molde é fechado, e, então, a resina é injetada, Figura 2.5 (OKSMAN et al., 2002 e RODRIGUÉZ et al., 2007).

Esse processamento permite produzir componentes com diferentes e complexas formas, com elevada repetibilidade e elevada fração volumétrica de fibras, proporcionando elevado desempenho mecânico, acabamento nas duas superfícies, espessura uniforme e baixa emissão

de voláteis, o que deixa o processo menos nocivo ao ambiente de trabalho (ORNAGHI JR. et al., 2008).

Porém, a principal desvantagem do processamento por RTM é a dificuldade de projetar moldes, isso ocorre porque as determinações adequadas das posições das entradas e saídas são essenciais para prevenir falhas de preenchimento, além da possibilidade de deslocamento da preforma durante a injeção da resina.

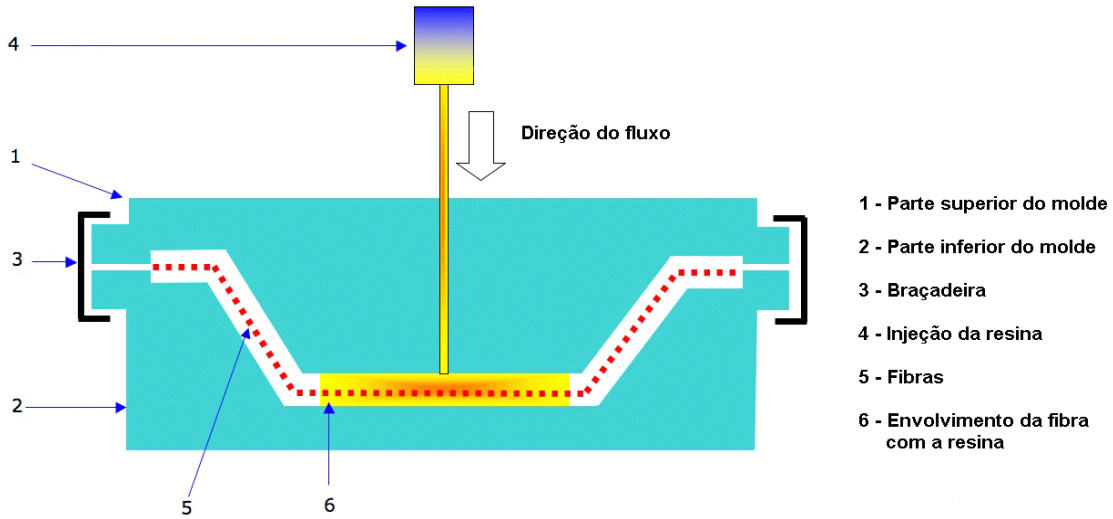


Figura 2.5 – Modelo esquemático do processamento de compósitos via RTM (WIKIMEDIA, 2008)

Os principais objetivos com a utilização da técnica RTM são minimizar espaços vazios, comumente encontrados em compósitos processados por compressão, o que é conseguido com cuidados na temperatura e na velocidade do fluxo de resina injetada, no controle das emissões de voláteis, bem como da temperatura de polimerização. Para tanto, devem ser consideradas as variáveis envolvidas no processo como: as localizações dos orifícios de injeção e respiro do molde, pressão de injeção, temperatura do molde, geometria do molde e as matérias-primas empregadas.

O molde de RTM deve possuir uma entrada para a injeção da resina e uma saída para permitir, durante a injeção da resina, a saída do ar de dentro do molde, que pode estar ligado a um sistema de vácuo, e o excesso de resina. Em grandes componentes, é comum a presença de várias entradas e saídas (SILVA, 2006).

Existem processos RTM que empregam o vácuo antes e/ou durante a injeção, no qual uma bomba de vácuo interligada a um sistema é conectada à saída do molde, gerando um aumento no gradiente de pressão, além de retirar bolhas incorporadas à preforma e as que se formam durante o processo (PETERS, 1998; HARPER, 2004).

No processo RTM, junto ao sistema de injeção, pode estar acoplado um sistema para

aquecimento da resina, que promove a redução da sua viscosidade e, consequentemente, a redução da pressão de injeção. O sistema de aquecimento, também pode englobar o aquecimento do molde, composto por resistências elétricas, provocando ou acelerando a cura da resina, com diminuição no tempo de processamento (PETERS, 1998).

Segundo Mazumdar (2002), sistemas complexos de RTM são composto por 7 (sete) etapas:

1) Uma resina termorrígida e seu catalisador (quando necessário) são dispostos dentro de reservatórios que estão distribuídos no equipamento;

2) Um agente desmoldante é aplicado nas superfícies internas do molde para facilitar a remoção do compósito, além de favorecer uma boa superfície de acabamento;

3) As fibras são colocadas dentro das cavidades do molde e, então, o molde é fechado;

4) O molde é aquecido a uma temperatura igual à temperatura de injeção da resina;

5) A mistura de resina, normalmente de baixa viscosidade (100-300 mPa.s), é injetada pela válvula de entrada sob temperatura selecionada e baixa pressão para evitar a movimentação do reforço e danos ao molde. Algumas vezes, o vácuo é criado dentro do molde para auxiliar no fluxo da resina, assim como para remover bolhas de ar aprisionadas ou geradas durante o processo de cura;

6) A resina é injetada até que o molde seja completamente preenchido. O vácuo é retirado e a válvula de saída é fechada. A pressão dentro do molde é aumentada para garantir que a porosidade restante seja totalmente preenchida pela resina;

7) Após a cura total do polímero, o compósito é finalmente removido do molde.

Segundo os pesquisadores Beckwith e Hyland[4] (1999 apud ALVES, 2006), para processos RTM, se a pressão de injeção for muito baixa, o tempo do ciclo de produção será muito elevado e a resina poderá curar antes do total preenchimento do molde. E, se a viscosidade da resina for muito baixa (<100 mPa.s), aliada a elevada pressão, o fluxo passará por toda a preforma, mas a resina não molhará os fios individualmente.

O molde deve manter sua integridade mecânica nas condições térmicas, químicas e de pressão necessárias para a produção da peça por RTM. Também deve manter a estabilidade dimensional e permanecer dentro da tolerância especificada. Os materiais tipicamente utilizados para a confecção do molde são os metais (aço, alumínio, etc) e os compósitos poliméricos (resinas epóxis ou poliéster).

---

[4] BECKWITH, S. W.; HYLAND, C. R. **Resin transfer molding: a decade of technology advances**. In: Resin Transfer Molding, SAMPE Monograph n. 3, 1999.

A escolha do material depende do desempenho mecânico desejado e da durabilidade necessária para atingir, economicamente, uma determinada produção. Para a produção de componentes a altas temperaturas ou para elevado volume de produção, são utilizados moldes metálicos. Enquanto que, para a produção de peças à temperatura ambiente ou para baixo volume de produção, são utilizados moldes de compósitos de fibra de vidro e epóxi, devido ao baixo custo e à facilidade de fabricação (ASM HANDBOOK, 2001; PETERS, 1998).

2.2.2 Permeabilidade do tecido de sisal

No processamento via RTM, a resina líquida precisa fluir por uma longa distância para impregnar as fibras secas inseridas internamente no molde. Segundo Luo et al. (2001), a permeabilidade de uma preforma é a medida da resistência de um fluxo de resina através da preforma de fibras.

Portanto, a permeabilidade e a porosidade da preforma (reforço) são importantes pontos a serem considerados. Muitas vezes, uma caracterização experimental ou simulações são estudadas e utilizadas para aperfeiçoar o processamento via RTM (KIM et al., 2010).

Para os pesquisadores Kim et al. (2010) e Rodríguez et al. (2004), os valores da permeabilidade são afetados pela condição do arranjo da fibra e pelo arranjo da camada, ou seja, dependem do espaçamento entre as tramas e os urdumes, da abertura entre as fibras de cada filamento e da porosidade das fibras. Além disso, a permeabilidade e o tempo de impregnação dependem do volume de fibras, e da direção entre fibra e fluxo, uma vez que, as preformas são normalmente anisotrópicas e apresentam diferentes permeabilidades em diferentes direções (HAN, LEE, RICE, 2000).

Ferramentas computacionais, baseadas na lei de Darcy, são utilizadas para simular o preenchimento do molde e o processo de cura. Porém, dois parâmetros, viscosidade da resina e permeabilidade da preforma, precisam ser conhecidos para a condução dessa simulação (HAN, LEE, RICE, 2000).

Portanto, com relação às condições de processamento, a Lei de Darcy é utilizada para descrever o fluxo de infusão da resina através de preformas, na qual a permeabilidade fornece a resistência de um fluxo através de um meio poroso saturado (RODRÍGUEZ et al., 2004 e RODRÍGUEZ et al., 2007) e seu comportamento pode ser expresso pela equação (1):

$$K_{sat} = \frac{Q}{A}\mu\frac{\Delta L}{\Delta P} = \frac{\langle v\rangle\mu}{(\Delta P/\Delta L)} = \frac{v\phi\mu}{(\Delta P/\Delta L)} \quad (1)$$

Na qual:

K_{sat} é a permeabilidade em m²;

Q é a taxa do fluxo volumétrico em m³/s;

$\Delta P/\Delta L$ é a pressão por unidade de comprimento em Pa/m;

μ é a viscosidade do fluxo em Pa.s;

A é a área média da seção em m²;

$\langle v\rangle$ é a velocidade média em m/s;

v é a velocidade linear em m/s e

ϕ é a porosidade.

Segundo os pesquisadores Rodríguez et al. (2004), estudos com fibras de juta e sisal mostram que, baseando-se na lei de Darcy, o modelamento que melhor prediz o comportamento permeabilidade-porosidade para essas fibras naturais pode ser expressa por meio da equação de Carman-Kozeny, mostrada na equação (2):

$$K = \frac{1}{32}{d_f}^2\frac{\phi^3}{(1-\phi)^2} \quad (2)$$

Na qual:

K é a permeabilidade;

ϕ é a porosidade da preforma e

d_f é o diâmetro da fibra.

Podendo a equação (2) ainda ser aperfeiçoada, como mostra a equação (3):

$$K = \frac{\phi^{n+1}}{C(1-\phi)^n} \quad (3)$$

Sendo n e C parâmetros empíricos (RODRÍGUEZ et al., 2004).

Os pesquisadores Rodríguez et al. (2004) investigaram a relação de permeabilidade-porosidade dos tecidos com fibras de juta e sisal com o vidro. Esses estudos mostram que as fibras naturais exibem maiores valores de permeabilidade para a mesma fração volumétrica de

fibras (v_f), tornando viável o seu processamento.

Porém, em estudos experimentais com fluxo unidirecional e pressão de injeção constante, o tempo necessário para o fluido alcançar um determinado ponto dentro do molde pode ser obtido pela equação (4). Deste modo, partindo da equação (4), se x^2 *versus* tempo (t) for desenhado em um gráfico, a inclinação da curva pode ser utilizada para determinar a permeabilidade (K) (SCHMIDT et al., 2009).

$$t = \frac{\phi \cdot \mu}{2 \cdot K \cdot P_{inj}} x^2 \quad \therefore \quad K = \frac{\phi \cdot \mu}{2 \cdot P_{inj}} \cdot \frac{x^2}{t} \tag{8}$$

Na qual:

t é o tempo, em segundos;

ϕ é a porosidade do reforço (ϕ=1- v_f, onde v_f é a fração volumétrica de fibra);

μ é a viscosidade dinâmica do fluxo, em Pa.s;

P_{inj} é a pressão de injeção, em Pa;

x é a distância percorrida pelo fluxo, em metros.

2.2.3 Compósitos poliméricos processados via RTM

Compósitos processados via RTM com matriz epóxi reforçada por fibras unidirecionais de sisal foram estudados por Oksman et al. (2002). Comparando-se as propriedades mecânicas desse material com as de compósitos de fibras de vidro, constatou-se que os módulos específicos apresentam valores similares, além da resistência à tração ser equivalente a 27% da resistência encontrada para compósitos com fibras de vidro.

Os pesquisadores Sreekumar et al. (2009) produziram compósitos com fibras curtas de sisal/poliéster por RTM e analisaram seu comportamento dinâmico-mecânico. Valores experimentais mostraram melhores interações entre fibra e matriz para um volume de fibras de 40%, quando comparados com 20% e 30%.

Pothan et al. (2008) compararam as resistências mecânicas de compósitos sisal/poliéster via RTM com tecido, variando o tratamento da fibra. A maior resistência à tração foi a do compósito com tecido não tratado, seguido pelos compósitos com tecidos tratados com silano, termicamente e com NaOH, respectivamente. Neste caso, o maior módulo em tração foi apresentado pelo compósito com tecido tratado termicamente, seguido dos compósitos com

tratamento alcalino (1% NaOH), não tratado e tratado com silano, respectivamente.

Song, Mun e Kim (2011) também utilizaram o RTM para processar fibras de sisal, em forma de tecido, com as resinas epóxi e viniléster. O principal objetivo foi analisar a influência da velocidade de ensaio nas amostras em tração, e de modo geral, tanto para o compósito com epóxi quanto o com viniléster, conforme a velocidade de ensaio era aumentada, maiores eram os valores de resistência à tração. Comparando-se as resistências em tração de compósitos com epóxi, em função do tratamento das fibras, a maior resistência foi para o compósito com fibras não tratadas, seguido pelos compósitos tratados com permanganato e por silano.

O efeito do tratamento alcalino em compósitos de juta/viniléster via RTM foi estudado por Rodríguez et al. (2007), sendo que as propriedades de flexão e de impacto diminuíram com o tratamento de 5% de NaOH.

Os pesquisadores Schmidt et al. (2009) analisaram as propriedades mecânicas, além da permeabilidade de compósitos híbridos sisal/vidro/poliéster processados via RTM. O compósito formado com quatro camadas de fibra de vidro (manta) intercalada no meio com uma camada de sisal (manta aleatória) apresentou as resistências de 62,6 MPa, 181,1 MPa e 68,6 kJ/m^2, para tração, flexão e impacto, respectivamente.

Li[5] (2002 apud LI, SREEKALA E JACOB, 2008) comparou as resistências mecânicas de compósitos com tecido de sisal tratado com permanganato e resina viniléster, moldados por compressão e processados via RTM. Análises nas microestruturas revelaram maior quantidade de vazios nos compósitos moldados do que laminados por RTM, justificando as maiores resistências à tração (31,8 MPa), flexão (72,7 MPa) e ao impacto (28,8 kJ/m^2) quando comparados ao processado por compressão, o qual apresentou resistências à tração, flexão e impacto os valores de 30,4 MPa, 57,5 MPa e 25,1 kJ/m^2, respectivamente.

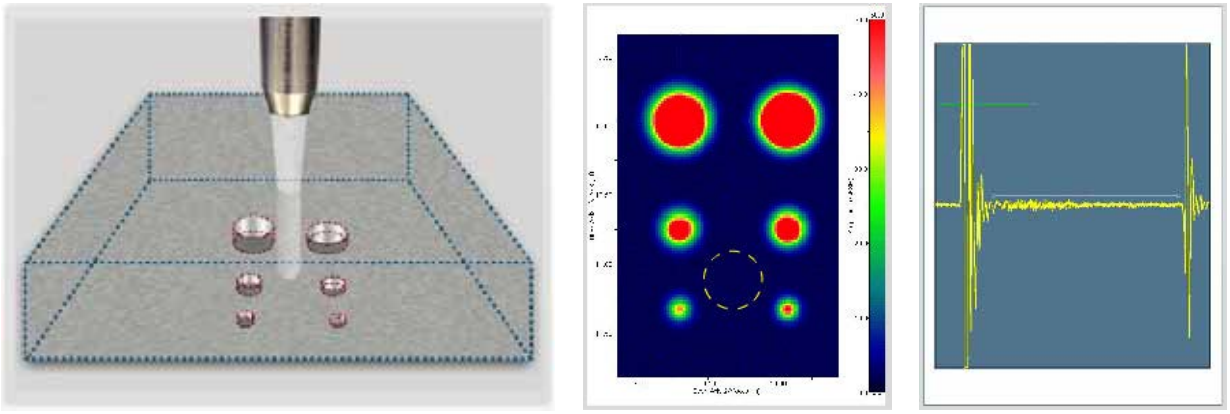
2.2.4 Inspeção acústica por ultrassom

A inspeção acústica por ultrassom trata-se de uma técnica pelo qual um pulso de energia ultrassônica é incidido na amostra e a medição do pulso transmitido indica a atenuação encontrada na amostra por meio do pulso incidente (LEE, 2010).

---

[5] LI, Y. **Eco-composite: structural, processing, mechanical and fracture properties of sisal fiber reinforced composites**. PhD Dissertation, University of Sydney, Australia, 2002.

A atenuação pode ser influenciada pela existência de vazios, delaminações, acúmulos de resina, fração volumétrica da fibra, condição de interface fibra/matriz e pelas inclusões existentes no laminado (SHIINO et al., 2012). Os dados são exibidos em forma de imagem, sendo que a cor representa a amplitude do sinal em cada ponto mapeado. A Figura 2.6 do modelo esquemático mostra o sistema de digitalização da aquisição de dados utilizando um transdutor de imersão focalizado para um bloco de referência (OLYMPUS, 2010).



a) **b)** **c)**

Figura 2.6 – Modelo esquemático do mapeamento C-Scan. a) bloco de referência; b) mapa de cores e c) visualização dos dados em forma de onda (A-Scan) da área circular tracejada amarela (OLYMPUS, 2010)

A imagem C-Scan é obtida com altas velocidades e resolução em peças, sendo que a varredura ultrassônica é equipada para inspeção em peças com defeitos em um nível de grandeza micrométrica. O uso da técnica de inspeção por ultrassom permite estabelecer uma metodologia de controle da qualidade de laminados, via correlação da presença de defeitos, como vazios, com níveis de atenuação em dB/mm, além da correlação desse parâmetro com o comportamento de propriedades mecânicas do material (KAS e KAYNAK, 2005).

A técnica de ultrassom utiliza pulsos de energia, em forma de onda, que são incididos na amostra por meio de transdutores de emissão. A onda incidida pode ser totalmente absorvida pelo material ou parte dela pode ser refletida, sendo que a leitura das ondas refletidas é realizada pelo transdutor receptor. A diferença entre as ondas incidente e refletida refere-se à atenuação (ASM HANDBOOK, 2001).

Segundo consta no ASM Handbook (2001), os parâmetros da onda, incluindo a atenuação acústica e a velocidade, podem ser utilizadas na definição das informações que qualificam os compósitos. A impedância acústica e a frequência das vibrações determinam a propagação do ultrassom através do material de estudo, sendo que a impedância acústica (Z) pode ser definida pela equação (5), enquanto que a frequência (f) e o comprimento de onda

(λ) estão relacionados pela equação (6):

$$Z = \rho \cdot c \tag{5}$$

Na qual:

ρ é a massa específica do material (amostra);

c é a velocidade acústica.

$$c = f \cdot \lambda \tag{6}$$

Dependendo do comprimento de onda, as propriedades anisotrópicas dos compósitos podem causar grande espalhamento e absorção do ultrassom, portanto, considerando sua atenuação, a pressão do som para uma onda plana em um campo distante pode ser representada pela equação (7):

$$p = p_0 \cdot e^{-\alpha_c \cdot d_{onda}} \tag{7}$$

Na qual:

p é a pressão final;

p_0 é a pressão inicial;

α_c é o coeficiente de atenuação e

d_{onda} é a distância atravessada pela onda.

Sendo que, o coeficiente de atenuação (α), em dB/m, é obtido pela equação (8):

$$\alpha_c \cdot d_{onda} = 20 \cdot \log\left(\frac{p_0}{p}\right) \tag{8}$$

Na qual $20 \cdot \log(p_0/p)$ é a relação, em decibéis, das pressões inicial e final da onda. Ainda segundo o ASM Handbook (2001), o uso do parâmetro logarítmico dB é habitual para o cálculo da atenuação ou do ganho em inspeções por ultrassom, porque permite que intervalos significativos sejam medidos.

Na literatura, usualmente, o estudo da formação de vazios no processamento via RTM

era investigada com o uso de Sistemas de Análises de Imagens após análises microscópicas com microscópios ópticos ou por varredura eletrônica (SEM) (KAS e KAYNAK, 2005), mas infelizmente são análises destrutivas.

Com isso, estudos que fornecem dados sobre a integridade do compósito com ensaios não destrutivos, como a inspeção por ultrassom, têm crescido. Porém, esses estudos na literatura ainda são escassos, principalmente quando se utilizam fibras naturais como reforço.

PARTE II – PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o compósito estudado neste trabalho foi utilizado como reforço o tecido de sisal tipo *plain weave* e como matriz um sistema de resina epóxi. As propriedades, a preparação dos materiais utilizados, assim como, os métodos de ensaios utilizados na avaliação das matérias-primas e do compósito são descritos neste capítulo.

3.1 RESINA EPÓXI

A resina epóxi bicomponente utilizada é um sistema de baixa viscosidade à base de resina epóxi modificada livre de solventes e endurecedor com aduto de amina cicloalifática, fabricados pela Polipox – Indústria e Comércio Ltda. Constituída a partir do reagente RL 3135-LV e seu endurecedor EL 3135-F, ambos líquidos (POLIPOX, 2010).

É uma resina sintética de cura a frio e os dois componentes depois de misturados resultam em um polímero termorrígido.

Como consta em seu boletim técnico, esta resina apresenta características que podem ser visualizadas nas Tabelas 3.1 e 3.2.

Tabela 3.1 – Características da resina epóxi 3135-L após mistura, fabricante Polipox

Propriedades físico-químicas	Valores
Tempo de Uso "*Pot-Life*" (25 ºC), em min	110
Tempo de Endurecimento (25ºC), em min	200
Tempo de cura total (25ºC), em dias	7
Resistência Térmica, em ºC	80 - 90
Resistência à Tração, em MPa (kgf/mm^2)	78,4 – 88,3 (8 – 9)
Resistência à Flexão, em MPa (kgf/mm^2)	117,7 – 147,1 (12 – 15)
Absorção de água após 15 dias (25°C), em %	< 0,2

Fonte: POLIPOX (2010)

Tabela 3.2 – Características dos reagentes: resina (RL 3135-LV) e endurecedor (EL 3135-L), fabricante Polipox

Características \ Reagentes	RL 3135-L	EL 3135-L
Proporção, em gramas	100	35
Cor	Transparente	Levemente amarelado
Viscosidade (25°C), em mPa.s	540 - 810	58 - 87
Massa específica (25°C), em g/cm^3	1,12 – 1,16	0,99 – 1,00

Fonte: POLIPOX (2010)

- Cura

A cura do polímero epóxi foi realizada com a mistura manual em massa, na relação estequiométrica de 1:0,35, de reagente com o endurecedor, respectivamente. Os componentes inicialmente foram misturados por volta de 10 min, conforme recomendação do fabricante, e submetidos ao vácuo (pressão de -600 mm/Hg) por 20 min, à temperatura ambiente, para redução de bolhas, sendo então, injetada nos moldes.

- Ensaios e normas

Os ensaios realizados na resina epóxi foram: resistências à tração e à flexão, massa específica, viscosidade e análise térmica por meio das técnicas de Termogravimetria (TGA)/Termogravimetria Derivada (DTG), Calorimetria exploratória diferencial (DSC) e Análise dinâmico-mecânica (DMA).

A resina depois de misturada manualmente foi curada em estufa a 60^{o}C por 4 horas entre duas placas planas de vidro, separadas por um molde de silicone de 3,2 mm de espessura. Os corpos de prova de tração e de flexão do polímero foram confeccionados nas dimensões recomendadas pelas normas ASTM D638 - *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics* e ASTM D790 - *Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials*, respectivamente. Após a desmoldagem foi realizada uma pós-cura a 100^{o}C por 4 horas.

3.2 FIBRA DE SISAL

O tecido bidirecional de fibras de sisal foi adquirido na loja Casa das Cordas, São Paulo-SP. De acordo com a norma ASTM D123 (2009), este tecido possui o arranjo tipo *plain weave*, sendo entrelaçado um filamento da trama acima e abaixo dos filamentos do urdume

(Figura 3.1). O tecido possui em média 2,4 mm de espessura e suas características são apresentadas na Tabela 3.3.

Figura 3.1 – Tecido bidirecional com fibras de sisal

Tabela 3.3 – Características do tecido de sisal

Distância média entre os filamentos do urdume, em mm	2,00
Distância média entre os filamentos da trama, em mm	3,50
Diâmetro da fibra*, em μm	100 - 200
Gramatura, em g/m^2	947,3 ± 74,0

* valores obtidos por MEV

- Ensaios e Normas

Os ensaios realizados na fibra de sisal foram: determinação da massa específica e da porosidade e da permeabilidade do tecido. A análise térmica foi conduzida por meio da TGA/DTG.

3.3 POROSIDADE APARENTE DO TECIDO DE SISAL

Neste trabalho, a porosidade aparente de uma camada do tecido bidirecional de sisal foi calculada após medição do volume total da amostra com paquímetro e do volume de vazios. O volume dos vazios foi calculado por meio do volume deslocado de um líquido, com o uso do picnômetro e de uma balança analítica. O líquido utilizado foi água a 25^{o}C e foram realizados 5 ensaios. O tecido de sisal estudado, antes de ser ensaiado, foi secado em estufa a 105^{o}C por no mínimo 24 horas para eliminação de toda água livre e de impregnação.

3.4 MASSA ESPECÍFICA

As massas específicas foram calculadas para a fibra de sisal, para a resina epóxi curada e para o compósito sisal/epóxi após processamento e pós-cura, por meio de análises de picnometria a gás.

O equipamento utilizado foi um picnômetro, marca Quantachrome Instruments, com gás hélio e as análises foram realizados no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), Cachoeira Paulista/SP.

O picnômetro a gás determina o volume real de um sólido, mesmo que poroso, por variação da pressão de gás em uma câmara de volume conhecido. Normalmente, utiliza-se o gás hélio porque este gás, além de inerte, penetra facilmente nos poros que estão acessíveis na amostra, devido ao pequeno tamanho dos seus átomos, permitindo assim, determinar o volume do sólido com maior precisão (SILVA et al., 2009).

3.5 VISCOSIDADE DA RESINA EPÓXI

O equipamento Brookfield é um viscosímetro rotacional de cilindros coaxiais que mede a viscosidade por meio do torque necessário para rotacionar o fuso (cilindro) imerso no fluido, em determinada velocidade. Portanto, esse equipamento é utilizado para a determinação de propriedades reológicas de fluidos em função da temperatura.

O perfil da viscosidade da mistura epóxi e endurecedor, após mistura, para conhecimento da cura da resina em relação ao tempo, foi avaliado utilizando um equipamento Brookfield, para duas temperaturas específicas de 26^{o}C e 30^{o}C.

A viscosidade da mistura foi determinada utilizando um viscosímetro Brookfield com fuso SC4-27 e rotação constante, de modo a garantir uma taxa de cisalhamento entre 20 e 80%.

3.6 ANÁLISE TÉRMICA

A análise térmica abrange um grupo de técnicas nas quais uma propriedade física da substância ou de seus produtos de reação é medida como função da temperatura ou tempo, enquanto a substância é submetida a um programa controlado de temperatura (IONASHIRO e GIOLITO, 2005).

O programa pode consistir em aquecer ou resfriar (dinâmico), ou manter a temperatura

constante (isotérmica), ou qualquer sequência dessas (MOTHÉ e AZEVEDO, 2002).

3.6.1 Termogravimetria

A termogravimetria estuda a variação da massa de uma amostra após transformação física (sublimação, evaporação, condensação) ou química (degradação, decomposição, oxidação) em função do tempo ou da temperatura (MOTHÉ e AZEVEDO, 2002).

Na termogravimetria dinâmica, técnica mais utilizada, a amostra é aquecida em um ambiente no qual a variação de temperatura está programada em velocidade linear.

Para as avaliações termogravimétricas, as amostras da resina e do compósito foram obtidas a partir de uma seção retirada do material confeccionado para os corpos de prova de tração. Para a amostra de sisal, esta foi obtida a partir de uma seção retirada do tecido.

Os ensaios de TGA necessários para análise da estabilidade e decomposição da resina foram realizados no Departamento de Materiais e Tecnologia Divisão (DMT), da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (FEG), da Universidade Estadual Paulista (UNESP) no equipamento da marca SII Nano Technology INC, série EXSTAR 6000, modelo TG/DTA 6200, com razão de aquecimento de 10 ºC/min, em uma célula de platina em atmosfera inerte de nitrogênio.

Para analisar o comportamento térmico de todos os materiais foram realizados ensaios em triplicata e utilizou-se uma faixa de temperatura, em média, entre 30ºC e 700ºC.

A definição da temperatura inicial de degradação baseou-se na norma ASTM E2550 - *Standard Test Method for Thermal Stability by Thermogravimetry*, pela qual a temperatura é determinada quando a primeira deflexão na linha de base da curva TGA ou DTG é observada.

3.6.2 Calorimetria Exploratória Diferencial

A calorimetria exploratória diferencial é uma técnica na qual se mede a diferença de energia (fluxo de calor) fornecida à substância e a um material de referência inerte de modo térmico, em função da temperatura enquanto ambos são submetidos a uma programação controlada de temperatura (IONASHIRO e GIOLITO, 2005).

3.6.2.1 Cura da resina epóxi

Neste trabalho foi realizado o estudo da cura após a mistura dos componentes

utilizados. A proporção estudada foi de 1:0,35, em massa, entre os reagentes epóxi e endurecedor, respectivamente. Os reagentes foram misturados manualmente por três minutos e uma pequena porção foi depositada dentro do porta-amostra fechado.

A cura ocorreu por meio do aquecimento pelo uso do equipamento da marca SII Nano Technology INC, série EXSTAR 6000, modelo DSC 6220, do DMT/FEG/UNESP. Foi utilizada uma célula de alumínio em atmosfera inerte de nitrogênio, com fluxo de gás de 20 mL/min e razão de aquecimento de 10ºC/min.

Inicialmente, realizou-se a análise dinâmica para caracterização da mistura e posterior definição da temperatura termodinamicamente favorável para polimerização da resina epóxi. A partir das temperaturas, inicial e de pico de polimerização, foi determinada a temperatura utilizada na análise isotérmica por DSC (temperatura constante). Em seguida, as amostras foram conduzidas à varredura dinâmica para determinação da temperatura de transição vítrea (T_g).

O aquecimento da mistura ocorreu na faixa de temperatura de 10ºC a 280ºC e a temperatura isotérmica utilizada para o estudo do tempo de cura da resina foi 60ºC.

Após o processamento do compósito, que foi curado dentro do molde a 60^{o}C por 4 horas, a resina epóxi contida nas canaletas do molde foi retirada como amostra e submetida à varredura dinâmica para certificação da cura da resina, em um intervalo de aquecimento de 30ºC a 280ºC.

3.6.2.2 Determinação da temperatura de Transição Vítrea - T_g

A caracterização térmica por DSC foi realizada na resina e no compósito.

A razão de aquecimento utilizada para as análises dinâmicas do polímero epóxi foi de 20ºC/min, conforme recomendação da norma ASTM D3418 - *Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry.*

As análises dinâmicas, por meio da técnica de DSC, foram realizadas no DMT/FEG/UNESP, no equipamento da marca SII Nano Technology INC, série EXSTAR 6000, modelo DSC 6220, em uma célula de alumínio em atmosfera inerte de nitrogênio, com um fluxo de gás de 20 mL/min, entre as temperaturas de 10ºC a 280ºC, para a resina e de 10ºC a 180ºC, para o compósito.

Todas as análises foram realizadas em triplicata, tanto para a resina quanto para o compósito.

3.6.3 Análise Dinâmico-Mecânica

A análise dinâmico-mecânica é uma técnica de caracterização de materiais por meio da detecção dos processos de relaxação moleculares associadas a mudanças conformacionais, tanto macroscópica quanto microscópica, geradas a partir de rearranjos moleculares (CASSU e FELISBERTI, 2005). Esta técnica apresenta sensibilidade superior na leitura das propriedades, quando comparada às técnicas convencionais por DSC e TMA (ASM HANDBOOK, 2001).

Esta técnica fornece as curvas em função da temperatura, tempo ou frequência de oscilação do módulo dinâmico (E') – resposta elástica, módulo da perda (E") – resposta viscosa e amortecimento mecânico ou fricção interna (tan δ = E"/E') de um material, quando submetido a uma oscilação dinâmica, conduzida por tração, flexão, cisalhamento, torção ou compressão (ASTM E473, 2010; ASTM D4065, 2006).

O valor de tan δ indica o quanto o comportamento do material está longe do comportamento elástico ideal, sendo que, materiais com alto elevado valor de tan δ dissipam muito da energia que foi utilizada para deformá-lo, na forma de calor. Para um material elástico ideal, o valor de tan δ seria igual a zero e, portanto, não haveria amortecimento. Por outro lado, para um líquido newtoniano, o valor de tan δ tende ao infinito (tan $\delta \rightarrow \infty$), sendo um caso extremo de total dissipação da energia em calor, ou seja, amortecimento infinito (SILVA, 2003).

Por meio das curvas apresentadas pela análise de DMA, podem-se correlacionar propriedades como rigidez e temperatura de transição vítrea (T_g), fusão e cristalização, dentre outros parâmetros (CASSU e FELISBERTI, 2005).

Segundo ASTM D833 (2008), polímeros amorfos, que estão abaixo da T_g, são rígidos, pois abaixo dessa temperatura os segmentos da cadeia estão congelados em posições fixas, enquanto que, acima da T_g polímeros amorfos são moles e flexíveis.

A análise por DMA com solicitação em flexão foi realizada no equipamento da marca SII Nano Technology INC, série EXSTAR 6000 e modelo DMA 6100, segundo a norma ASTM D5418 – *Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: In Flexure (Dual Cantilever Beam).*

A resina epóxi e o compósito foram analisados entre as temperaturas de 20°C a 130°C com razão de aquecimento de 5°C/min, a uma frequência de 1 Hz, amplitude de 10 µm, em atmosfera inerte de nitrogênio com fluxo de 100 ml/min, sendo o corpo de prova fixado a uma garra de flexão por 3 pontos.

Tanto os corpos de prova da resina quanto os de compósitos foram usinados a partir das placas moldadas e obtidas na Cortadeira Techcut 5", da marca ALLIED High Tech Produts Inc, nas dimensões retangulares de 10 mm de largura e 50 mm de comprimento. A espessura dos corpos de prova da resina foi de aproximadamente 3,2 mm, enquanto que para os compósitos foi de 4,0 mm.

Para a determinação da temperatura de transição vítrea dos materiais estudados foi seguida a norma ASTM D7028 - *Standard Test Method for Glass Transition Temperature (DMA Tg) of Polymer Matrix Composites by Dynamic Mechanical Analysis (DMA)*, que considera a intersecção das duas linhas tangentes apresentadas na curva logarítmica do módulo dinâmico (E').

Toda a análise por DMA foi realizada em triplicata.

3.7 PERMEABILIDADE DO TECIDO DE SISAL

O estudo da permeabilidade do tecido bidirecional de sisal tem como propósito conhecer os parâmetros de processo para injeção via RTM da resina, na confecção do compósito polimérico sisal/epóxi.

Baseado na literatura existente, duas técnicas experimentais podem ser utilizadas para a determinação da permeabilidade de mantas ou preformas, a de fluxo unidirecional ou paralelo e a de fluxo radial (LUO et al., 2001; HAN et al., 2000; LI, 2006). Na técnica de fluxo unidirecional, o ferramental ou molde utilizado apresenta a entrada e a saída do fluído em direções opostas.

Esta pesquisa utiliza o método unidirecional com pressão constante de injeção, utilizando como fluido uma solução de glicerina e com a utilização de duas camadas de tecido. Nesse procedimento foram controladas: a velocidade e a pressão de injeção, além da temperatura do processo.

O estudo da permeabilidade foi realizado primeiramente na Universidade Técnica de Lisboa (UTL) em Lisboa/Portugal (Apêndice A) e depois no DMT/FEG/UNESP. O molde utilizado é formado por três partes, pela base (parte inferior), pelo espaçador e pela tampa, que são presas por parafusos. Neste estudo, a parte inferior do molde metálico que faz parte do processamento via RTM, descrito no item 4.6, foi utilizado também para a medida da permeabilidade. A parte superior do molde e o espaçador foram desenvolvidos pelo grupo de pesquisa GFMA, especialmente para a realização desses ensaios.

O espaçador que delimita a quantidade de tecido (espessura de 3 mm) e, portanto, a

fração volumétrica de fibras da preforma, foi confeccionado em policarbonato. A tampa com espessura de 8 mm foi confeccionada em acrílico transparente a para visualização superior do fluido. De forma a evitar qualquer deformação ao longo do comprimento da tampa de 500 mm, bem como na largura de 400 mm, foram colocadas 4 (quatro) cantoneiras de ½" igualmente espaçadas sobre a tampa, como pode ser visualizado na Figura 4.1.

Figura 4.1 – Montagem do molde para estudo da permeabilidade

A entrada e a saída do canal, para passagem do fluido, estão localizadas na parte inferior do molde metálico e as conexões utilizadas são as mesmas empregadas no processamento por RTM. A estanqueidade do molde é assegurada pela colocação de um anel de vedação (*o-ring)* na parte inferior do molde, sendo ainda acrescentado silicone entre as partes metálica e de policarbonato (espaçador) e entre o espaçador e a tampa acrílica.

O sistema foi montado com o propósito de visualização e também de filmagem com o equipamento digital da marca Samsumg, modelo HMX-Q20 Full HD, com taxa de aquisição de 59 quadros por segundo, para aquisição da progressão da frente do fluido. As imagens foram extraídas da filmagem pelo programa *Windows Live Movie Maker* para pós-processamento de dados pelo *software* Image J e obtenção do valor de permeabilidade.

A solução de glicerina, com viscosidade de 177,1 mPa.s a 26^{o}C, foi obtida com a adição de água destilada na glicerina (5092 08 – FW 92.10) e corante. A determinação da viscosidade da solução foi obtida pelo viscosímetro Brookfield com fuso SC4-31 e rotações variadas, de modo a garantir uma taxa de cisalhamento entre 20 e 80%.

Para reproduzir o processamento via RTM do compósito sisal/epóxi foi escolhida uma

solução de glicerina com viscosidade similar a resina epóxi utilizada, para obtenção dos dados da frente do fluído.

A injeção da solução de glicerina foi realizada com o auxílio da injetora modelo Radius 2100cc, com a qual se procurou injetar sob baixa e constante pressão de 144,79 kPa, sem o auxílio de vácuo. O sistema de injeção permite a aquisição dos dados de pressão e volume, auxiliando a obtenção do valor de permeabilidade.

3.8 SIMULAÇÃO DA PERMEABILIDADE – PROGRAMA myRTM

A simulação do fluxo da resina no tecido de sisal foi realizada com o auxílio do programa *myRTM*, cujo software foi desenvolvido para prever o comportamento do enchimento do molde no processo via RTM.

Os dados geométricos podem ser importados a partir de programas como o CAD com extensões **.stp*, **.igs* ou **.brp*, por meio de interfaces. Como uma alternativa, vários modelos de elementos finitos podem ser lidos em arquivos com extensão **.db*, como por exemplo os arquivos *Ansys*. As condições de injeção podem ser definidas de forma interativa, e pode ser alterada enquanto a simulação é executada, sendo que as imagens podem ser automaticamente armazenadas, em diferentes estágios de injeção que são determinados por períodos pré-programados (BARANDUN, 2010).

O programa *myRTM* foi desenvolvido pelo *Institute for Materials Technology and Plastics Processing* (IWK) da *Technical University of Rapperswilem* (HRS), na Suíça e tem sido aplicado com sucesso em uma série de projetos industriais para as geometrias de componentes reais. O *software* pode ser obtido gratuitamente pelo site http://www.myrtm.ch.

Portanto, para rodar o programa *myRTM* foi necessária a elaboração de ferramentas complementares, cujo roteiro é apresentado a seguir:

a) Criação da geometria da placa nas dimensões da cavidade do molde (Figura 4.2a), com o auxílio do programa *Ansys 12.1*;

b) Aplicação da malha no modelo, seguindo um modelo para discretização, ou seja, para a fragmentação de um volume sólido, contínuo e de geometria complexa com o uso de formas geométricas menores e com dimensionamento simplificado (Figura 4.2b), realizado com o programa *Gmsh*;

c) Importação da geometria pelo programa *myRTM*;

d) Representação dos pontos de injeção no modelo, sendo que neste caso foram escolhidos pontos paralelos para denotar a existência da canaleta (Figura 4.3 - detalhe A);

e) Preenchimento no programa das propriedades do material como a permeabilidade e a porosidade do tecido;

f) Especificação das condições de contorno, tais como: pressão de injeção, viscosidade do fluido, pressão de vácuo, espessura da cavidade e diâmetro do bico de injeção.

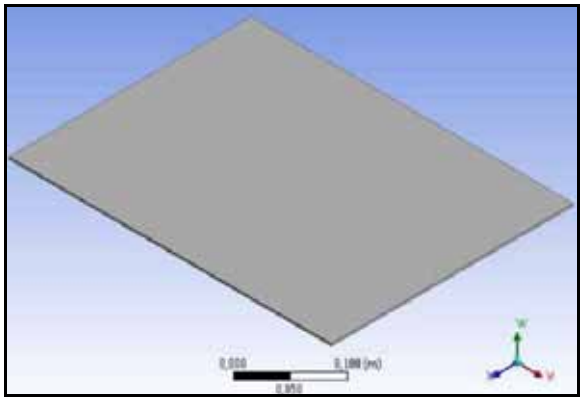
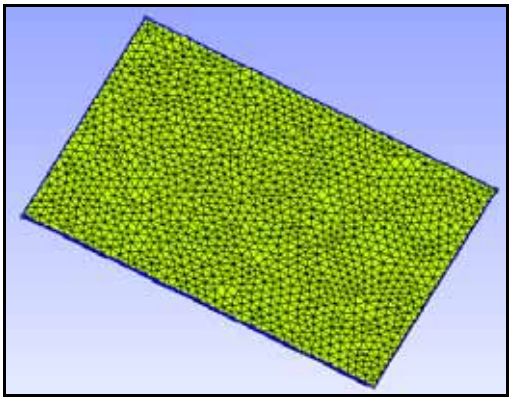
a)  b) 

Figura 4.2 – Geometria da placa: a) criação do modelo e b) aplicação da malha no modelo

O programa *Gmsh* desenvolvido pelos pesquisadores belgas Christophe Geuzaine e Jean-François Remacle foi utilizado para a definição do refinamento da malha, em função da complexidade da geometria, e também é disponibilizado gratuitamente pela rede, sendo que a simulação do fluxo com o programa *myRTM* utiliza o método de elementos finitos, com controle de volume para a determinação da evolução de pressão.

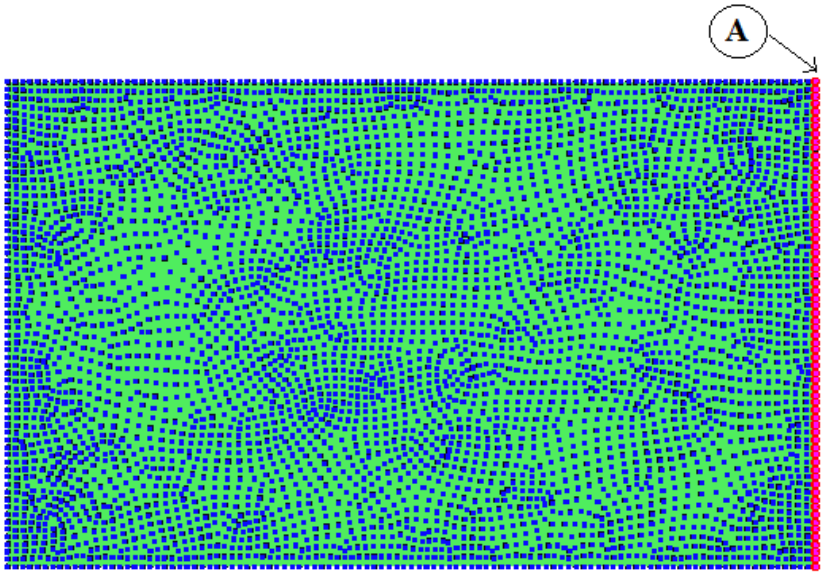


Figura 4.3 – Representação da placa no programa *myRTM*, detalhe A: escolha dos pontos de injeção

3.9 PROCESSAMENTO DOS COMPÓSITOS

Os compósitos foram confeccionados por moldagem via RTM pelo equipamento Radius 2100cc RTM Injector, instalado no DMT/FEG/UNESP. O equipamento de RTM (Figura 4.4, detalhe 1) possui um sistema de pressão e injeção controladas, onde o cilindro injetor de resina, que contém um pistão, se move por um dispositivo de ativação pneumático acoplado. A resina é transferida através de uma linha de injeção, a qual esta conectada a um sistema de aquisição de dados (RADIUS, 2009).

A Figura 4.4 ilustra o sistema RTM e seus respectivos acessórios empregados na fabricação dos compósitos. O sistema RTM está instalado no Laboratório de Processos do Grupo de Pesquisa em Fadiga e Materiais Aeronáuticos do DMT/FEG/UNESP, sendo composto pelos itens:

1) Sistema de injeção de resina com controle de pressão, volume e temperatura da resina;
2) Tubulação de cobre na entrada do molde, caso haja necessidade de aquecimento da resina durante sua injeção;
3) Molde em aço, projetado com um único canal de injeção com o intuito de formar uma frente de resina perpendicular ao tecido, diminuindo o risco de formação de bolsas de ar aprisionado e aumentando a homogeneidade na distribuição de resina pelo tecido;
4) Sistema de bicos injetores para resina termorrígida, projetado com canais cônicos de forma a garantir sua extração após moldagem e fácil limpeza interna;
5) Sistema de aquecimento do molde, composto por resistências superior e inferior e sistema de controle de temperatura independente, interligado ao sistema de aquisição de dados. Projetado com o objetivo de fornecer calor de forma homogênea durante e/ou após injeção da resina;
6) Controlador de vácuo, utilizado quando o uso do vácuo se faz necessário;
7) *Trap* primário para proteção da bomba de vácuo contra o excesso de resina;
8) *Trap* secundário refrigerado para proteção do ambiente contra voláteis liberados durante polimerização da resina;
9) Sistema de vácuo que direciona o fluxo de resina e diminui a quantidade de ar interno aprisionado às fibras, além de diminuir a quantidade de gases formados durante a cura da resina e que podem gerar bolhas indesejáveis no produto final.

Figura 4.4 – Representação do sistema RTM e acessórios

O molde metálico que está revestido por teflon foi projetado pelo Grupo de Pesquisa de Materiais Aeronáuticos (GFMA) com auxílio dos professores Ângelo Caporalli Filho do Departamento de Materiais e Tecnologia e João Andrade de Carvalho Júnior do Departamento de Energia, ambos da FEG/UNESP. Tem seu aquecimento por resistência elétrica, sendo fechado por parafusos, como mostra a Figura 4.4 (detalhe 3). O molde é constituído por três partes: a parte inferior, onde a resina é injetada; a parte central, que fornece a espessura do compósito e a parte superior, responsável pelo fechamento do molde.

Devido à espessura de 3 mm da parte central do molde, que pode ser aumentada com a presença do anel de vedação (*o-ring*), foi possível utilizar somente duas camadas do tecido de sisal por placa produzida, fornecendo uma fração volumétrica média de 39,4% de fibras. Os tecidos de sisal, após lavagem em água destilada fervente e secos em estufa a 60^{o}C por no mínimo 72h, foram colocados dentro do molde metálico que posteriormente foi fechado para injeção da resina. Os componentes da resina epóxi foram misturados manualmente, como descrito no item 3.1, e vertidos dentro do cilindro da injetora.

Antes da injeção da resina foi aplicado vácuo no molde para retirada do ar interno a fim de se minimizar a formação de bolhas na matriz, porém durante o processamento o vácuo foi

suspenso.

Todo o processo de injeção foi realizado à temperatura ambiente e somente após o término da injeção, o molde foi submetido à temperatura de 60°C por 4 h para a cura, sendo a desmoldagem do compósito realizada após o resfriamento do molde metálico. Como desmoldante foi utilizado o produto 700NC da marca Frekote no molde.

A pressão de injeção durante o processamento variou de 62 a 124 kPa, sendo que a injeção durou cerca de 30 min. A espessura do compósito foi de aproximadamente 4,36±0,14 mm. Após desmoldagem o compósito foi submetido a uma pós-cura em estufa por 4h a 100°C.

O fluxograma apresentado na Figura 4.5 esquematiza as principais etapas envolvidas na produção do compósito sisal/epóxi via RTM.

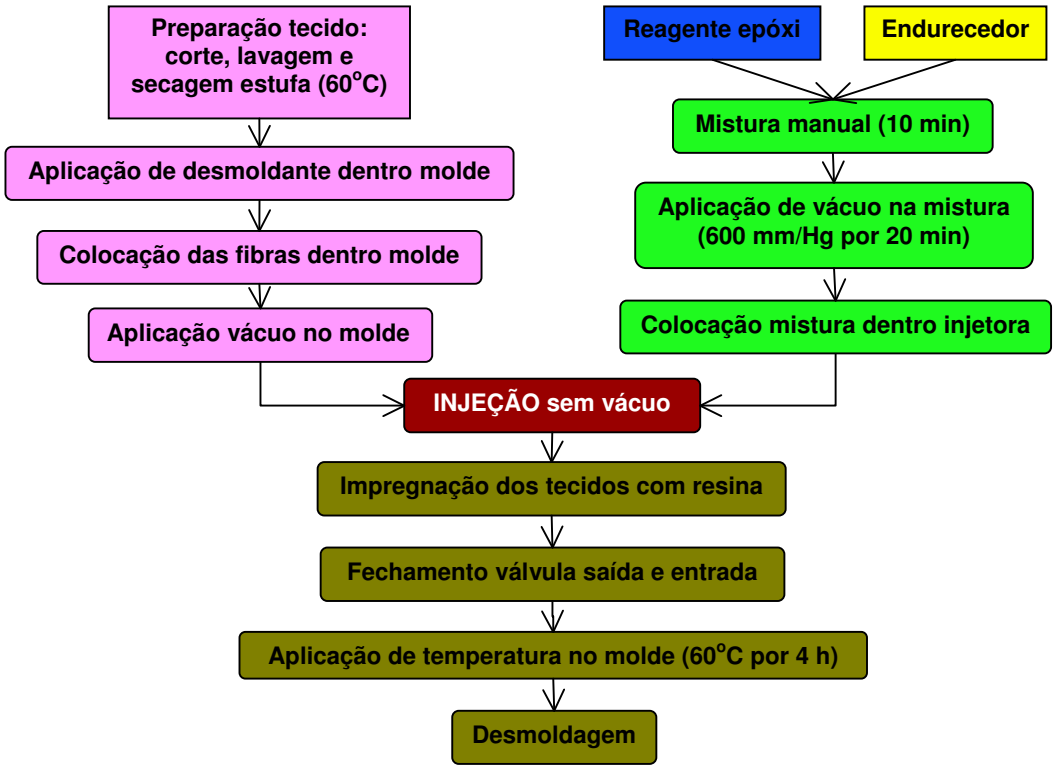


Figura 4.5 – Fluxograma representando as principais etapas do processamento via RTM

A fração volumétrica de fibras do compósito foi determinada a partir do volume da fibra e do compósito, sendo calculada conforme a equação (9):

$$v_f \ (\%) = \frac{V_f}{V_c} x \ 100 \ = \ \frac{m_f / \rho_f}{m_c / \rho_c} x100 \qquad (9)$$

Nos quais:

v_f = fração volumétrica de fibras, em porcentagem;

V_f = Volume ocupado pelas fibras, em cm^3;

V_c = Volume total do compósito, em cm^3;

m_f = massa das fibras, em gramas;

m_c = massa do compósito, em gramas;

ρ_f = massa específica da fibra de sisal (determinada por picnometria), em g/cm^3;

ρ_c = massa específica do compósito, em g/cm^3.

A determinação do teor de umidade (h) das fibras de sisal no momento da injeção foi baseada na norma ASTM D1348, sendo calculada de acordo com a equação (10):

$$h \ (\%) = \frac{m_0 - m_{final}}{m_{final}} x \ 100 \qquad (10)$$

Nos quais:

h = Teor de umidade, em porcentagem;

m_{final} = Massa final após secagem em estufa a 105ºC por no mínimo 4 horas;

m_0 = Massa inicial.

3.10 ANÁLISE ACÚSTICA POR ULTRASSOM

Neste trabalho, o uso da técnica RTM foi proposto de modo a minimizar espaços vazios comumente encontrados em compósitos processados por compressão. O controle do processo é fundamental para a completa impregnação do reforço pela resina. Esses vazios podem ser gerados durante a fabricação dos laminados e podem ocorrer em qualquer região, sendo mais comumente encontrados próximos às bordas do material processado.

Durante a cura da matriz polimérica ocorre a liberação de voláteis, que podem ficar aprisionados no material, resultando em vazios (e/ou bolhas), quando não se utiliza um sistema de vácuo adequado capaz de retirar estes subprodutos da reação.

Esses vazios são considerados defeitos, que atuam como concentradores de tensão, portanto, para o controle desse parâmetro pode ser utilizada a técnica não destrutiva de microscopia de inspeção acústica por ultrassom pelo método C-Scan.

A microscopia de inspeção acústica foi realizada com o equipamento da MATEC,

modelo PSS-600 (Figura 4.6), por imersão em água do compósito produzido, com imagens obtidas pelo programa MUIS32.

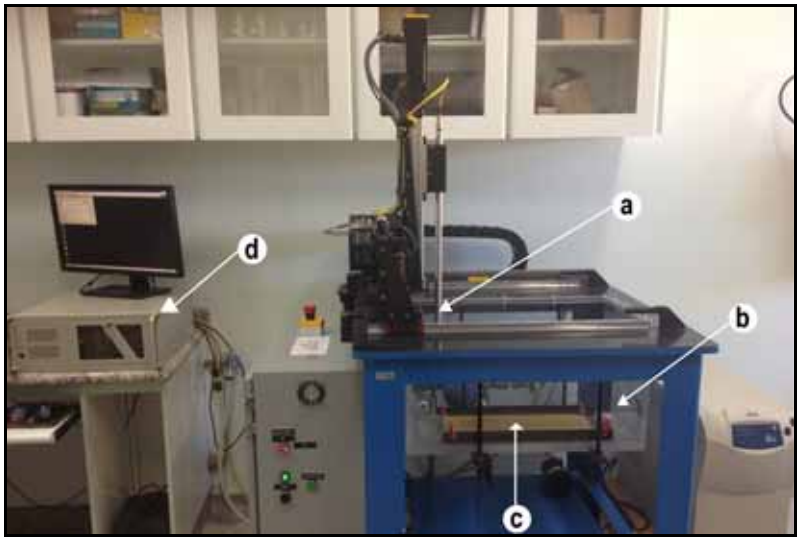


Figura 4.6 – Equipamento C-Scan utilizado: a) haste que contém o transdutor, b) tanque com água, c) placa do compósito a ser analisada e d) aquisição de dados

O pulso da onda atenuada emergida da peça foi lido pelo mesmo transdutor que o emitiu sendo, portanto, utilizado o método pulso-eco.

Para os dados coletados foram utilizados transdutores de frequência de 10 Hz, tendo sido analisados no *software* I-view desenvolvido pela MATEC, cuja base de trabalho é ilustrada na Figura 4.7. Este *software* permite ter uma visão mais elaborada das atenuações encontradas no equipamento MI-SCAN através de escalas de cores (Figura 4.8), assim como outros parâmetros importantes para a análise qualitativa dos compósitos. As análises foram realizadas em dois laminados de compósito sisal/epóxi no DMT/FEG/UNESP.

Toda a área do laminado foi percorrida pelo transdutor com uma velocidade de 150 mm/min, e cada ponto examinado emitiu um sinal característico em dB (decibéis), que foi representado no gráfico A-Scan, cujos valores serviram para a geração do mapa C-Scan.

Normalmente, a interpretação da onda recebida é realizada comparando-se um padrão característico de um defeito conhecido no material, a fim de compará-los com o material inspecionado. Segundo o pesquisador Shiino (2011), para os compósitos, a confecção de padrões é difícil e inviável.

Neste estudo não foram utilizados padrões de defeitos para a comparação com os sinais gerados no compósito, conforme especificado na norma ASTM E2580 (2007) e, portanto, qualquer ocorrência de sinais de atenuação foi rastreada e analisada.

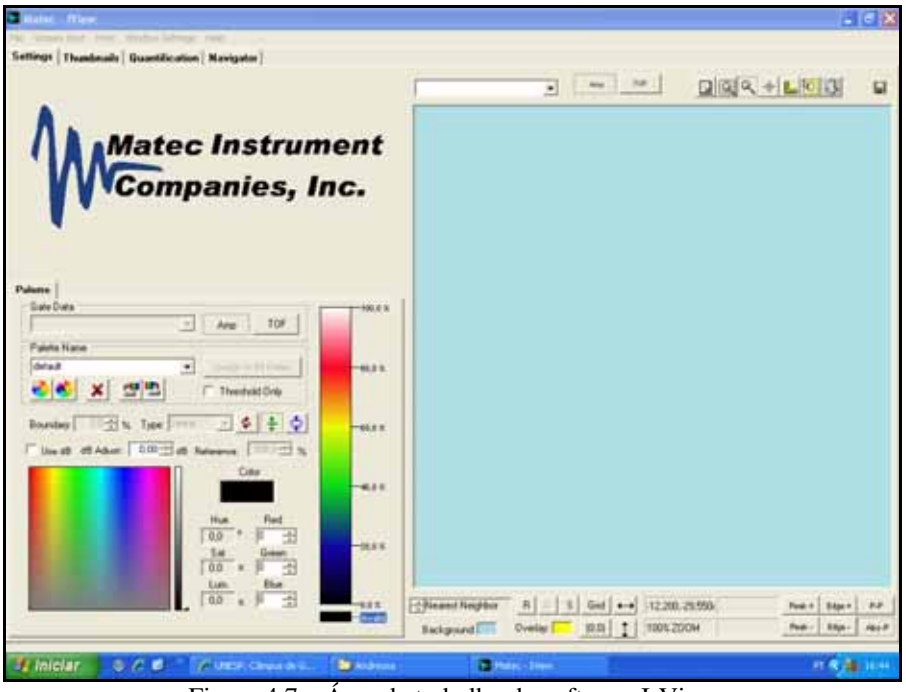


Figura 4.7 – Área de trabalho do software I-View

Antes de proceder à análise, o laminado do compósito foi colocado dentro do tanque d'água, que pertence ao equipamento, para ajustar a melhor posição do transdutor, visando deixá-lo com a distância na qual se obteve a maior intensidade do sinal que atingia a peça.

A Figura 4.8 representa a escala de cor do sinal de atenuação utilizada para analisar os mapas C-Scan, onde 0% representa alta atenuação ou região com baixa densidade, a qual é proporcional à impedância acústica. Em 100%, todo o sinal emitido (eco) é devolvido, significando que a região não possui vazios ou alta densidade.

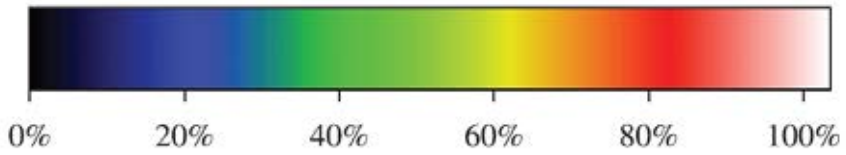


Figura 4.8 – Escala de cores utilizada nos mapas C-Scan

3.11 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

O ensaio de resistência à tração foi realizado nas amostras da resina epóxi e do compósito sisal/epóxi.

3.11.1 Resina Epóxi

No caso dos corpos de prova de tração da resina, estes foram misturados conforme item 3.1 e usinados nas dimensões recomendadas pela norma ASTM D638, conforme Figura 4.9.

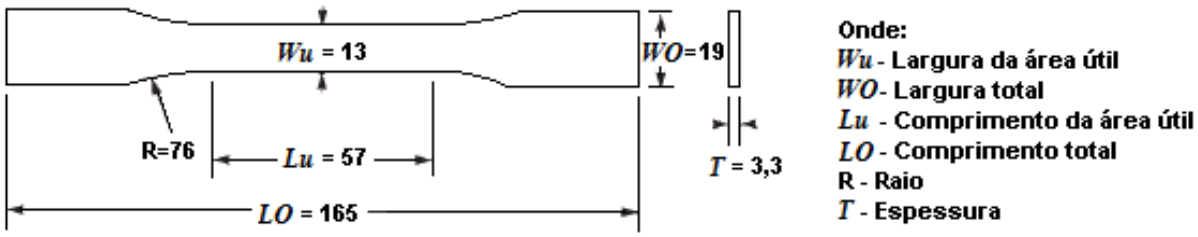


Figura 4.9 – Dimensões do corpo de prova tipo I, em mm, para ensaio de tração em plásticos

A moldagem foi realizada entre duas placas de vidro com molde interno de silicone de 3,2 mm de espessura, sendo utilizado o produto 700NC da marca Frekote como desmoldante. A polimerização da resina foi realizada em estufa a 60^{o}C por 4h. Após desmoldagem, o compósito assim como a resina foram submetidos a pós-cura em estufa por 4h a 100^{o}C.

Os ensaios de tração foram realizados no DMT/FEG/UNESP na máquina universal de ensaios, marca SHIMADZU, modelo AG-X, em temperatura ambiente.

A velocidade constante para a resina epóxi foi de 5 mm/min com uma célula de carga de 500 kgf. Para a caracterização da resina foram ensaiados cinco corpos de prova.

3.11.2 Compósito sisal/epóxi

Os corpos de prova em tração dos compósitos foram confeccionados nas dimensões recomendadas pela norma ASTM D3039, a partir da placa I moldada via RTM, conforme item 4.4.

Os ensaios de tração foram realizados no Departamento de Materiais e Tecnologia da Universidade Estadual Paulista - Campus de Guaratinguetá, na máquina universal de ensaios, marca SHIMADZU, modelo AG-X, em temperatura ambiente.

A velocidade constante para os compósitos foi de 2 mm/min com uma célula de carga de 500 kgf, sendo ensaiados sete corpos de prova.

3.12 RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Os corpos de prova para o ensaio de resistência à flexão das resinas e dos compósitos (retiradas da placa I) foram confeccionados e realizados conforme a norma ASTM D790.

Os ensaios foram realizados no DMT/FEG/UNESP, na máquina universal de ensaios, marca SHIMADZU, modelo AG-X, com uma célula de carga de 500 kgf e em temperatura ambiente de aproximadamente 25^{o}C.

As velocidades de ensaio foram de 1,6 mm/min para os corpos de prova da resina epóxi e de 1,8 mm/min para os compósitos. As velocidades foram determinadas segundo recomenda a norma ASTM D790, distinguindo-se entre resina e compósito, devido a diferença de espessuras das amostras.

A razão utilizada entre a distância dos apoios e a espessura dos corpos de prova no ensaio de flexão foi 16. Foram ensaiados cinco corpos de prova para a resina epóxi e sete para o compósito sisal/epóxi.

A tensão em flexão para o ensaio de flexão em três pontos é calculada segundo a equação (11):

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot P \cdot L_S}{2 \cdot b \cdot d^2} \tag{11}$$

Na qual:

σ_f = tensão em flexão (MPa);

P = carga (N);

L_S = distância entre os apoios (mm);

b = largura da amostra (mm);

d = espessura da amostra (mm).

Enquanto que, a deformação é calculada segundo a equação (12):

$$\varepsilon_f = \frac{6 \cdot D \cdot d}{L_S^{\,2}} \tag{12}$$

Na qual:

ε_f = deformação em flexão (mm/mm);

D = deflexão no centro da amostra (mm);

L_S = distância entre os apoios (mm);

d = espessura da amostra (mm).

3.13 ANÁLISE ESTATÍSTICA – COMPARAÇÃO DE DUAS MÉDIAS

O estudo estatístico realizado com os valores das resistências mecânicas e dos módulos em tração e de flexão, entre a resina e o compósito, foi baseado na comparação de duas médias em termos de "*t*" de *Student*, utilizando a Tabela apresentada no Anexo B, pois os desvios-padrão das populações (σ) consideradas (resina e compósito) são desconhecidos, apresentando n_1+n_2-2 graus de liberdade.

A hipótese a ser testada será a bilateral, que considera uma hipótese nula (H_0) e uma hipótese alternativa (H_1), sendo apresentada na Tabela 4.1. A hipótese nula é prefixada e formulada sobre o parâmetro estudado, com o único propósito de ser rejeitada ou invalidada e é representada por H_0. A hipótese alternativa difere da hipótese nula, sendo representada por H_1 (ROKEMBACH, 2009).

Tabela 4.1 - Teste de uma média com σ desconhecido

Teste	Hipóteses	Rejeita-se H_0 se
Bilateral	$H_0: \quad \bar{x}_1 = \bar{x}_2$ $H_1: \quad \bar{x}_1 \neq \bar{x}_2$	$\lvert t_{n_1+n_2-2} \rvert > t_{n_1+n_2-2,\alpha/2}$
Unilateral à direita	$H_0: \quad \bar{x}_1 = \bar{x}_2$ $H_1: \quad \bar{x}_1 > \bar{x}_2$	$t_{n_1+n_2-2} > t_{n_1+n_2-2,\alpha}$
Unilateral à esquerda	$H_0: \quad \bar{x}_1 = \bar{x}_2$ $H_1: \quad \bar{x}_1 < \bar{x}_2$	$t_{n_1+n_2-2} < t_{n_1+n_2-2,\alpha}$

Fonte: Adaptado de Costa Neto (2002)

Como a análise está relacionada a dados não emparelhados, ou seja, a amostragem da resina não está correlacionada com a do compósito, dois casos podem ser considerados para o estudo (COSTA NETO, 2002):

1º caso - Desvios-padrão das populações são desconhecidos, mas podem ser supostos iguais;

2º caso - Desvios-padrão das populações são desconhecidos e não podem ser supostos iguais.

A análise estatística será baseada em níveis de significância de 1%, que corresponde à probabilidade máxima com a qual se sujeita a ocorrer o risco de erro, representado normalmente por α, sendo inversamente proporcional ao nível de confiança (ROKEMBACH, 2009).

A seguir, são discutidos os dois casos considerados na análise estatística.

3.13.1 Dados não emparelhados – primeiro caso

Supondo que não são conhecidos os desvios-padrão das duas populações consideradas (resina e compósito), mas admitindo que esses desvios-padrão são iguais, ou seja, $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma$ (COSTA NETO, 2002), pode-se utilizar a equação (13) para testar a hipótese para uma dada estimativa ($t_{n_1+n_2-2}$):

$$t_{n_1+n_2-2} = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_p^2(1/n_1 + 1/n_2)}} \tag{13}$$

Na qual:

$\bar{x}_1$ e $\bar{x}_2$ – médias da amostra 1 e da amostra 2, que serão testadas;

Δ – valor testado da média, onde $\bar{x}_1 - \bar{x}_2 = \Delta$. Será considerado igual a zero ($\Delta = 0$), pois a hipótese a ser testada é a da igualdade das médias ($\bar{x}_1 = \bar{x}_2$);

S_p – Estimativa da média populacional para uma proporção p;

n_1 e n_2 – tamanho das amostras 1 e 2.

Sendo S_p, calculada conforme a equação (14), onde s_1^2 e s_2^2 são as variâncias das duas amostras disponíveis.

$$S_p^2 = \frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2} \tag{14}$$

3.13.2 Dados não emparelhados – segundo caso

Supondo agora que as duas populações tenham desvios-padrão diferentes e desconhecidos, deve-se recorrer a métodos aproximados (COSTA NETO, 2002).

Como a quantidade de amostras não é grande, a mesma estatística *t* de *Student* é utilizada, porém, a comparação de seu valor é realizada com um valor crítico convenientemente corrigido (v), calculado segundo a equação (15):

$$v = \frac{(w_1 + w_2)^2}{w_1^2/(n_1 + 1) + w_2^2/(n_2 + 1)} - 2 \tag{15}$$

Sendo que w_1 e w_2 são calculados pela equação (16):

$$w_1 = \frac{s_1^2}{n_1} \qquad e \qquad w_2 = \frac{s_2^2}{n_2} \tag{16}$$

E, t_v calculado segundo a equação (17):

$$t_v = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2}} \tag{17}$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo apresenta os resultados e as discussões referentes às matérias-primas empregadas e ao compósito sisal/epóxi obtido.

4.1 POROSIDADE APARENTE DO TECIDO DE SISAL

A Tabela 5.1 apresenta os principais dados obtidos no ensaio para determinação da porosidade aparente de uma camada de sisal, sendo o valor médio calculado de 67,8%.

Tabela 5.1 – Dados para determinação da porosidade de uma camada do tecido de sisal

Ensaio	**Massa do sisal (g)**	**Massa da água (g)**	**Volume de água (cm^3)**	**Volume deslocado pelo sisal (cm^3)**	**Volume total tecido (cm^3)**	**Volume de vazios (cm^3)**	**Porosidade (%)**
1	0,6214	49,3315	49,51	0,49	1,63	1,14	70,1
2	2,7366	47,5783	47,79	2,21	6,64	4,43	66,7
3	2,4969	47,8286	48,02	1,98	6,29	4,32	68,6
4	2,4956	47,7224	47,95	2,05	6,64	4,60	69,2
5	3,9582	26,3925	26,85	3,15	8,87	5,73	64,6
Média							**67,8**
Desvio-padrão							**1,98**

Como as amostras de tecido foram cortadas de forma aleatória em relação à dimensão do tecido, procurou-se comparar a porosidade em função da dimensão da amostra, ou seja, cortada em menor tamanho (ensaio 1), tamanhos medianos (ensaios 2, 3 e 4) e em maior tamanho (ensaio 5). Assim, pode-se concluir que houve homogeneidade da porosidade, pois mesmo variando a dimensão das amostras, os resultados apresentaram baixo desvio-padrão.

A alta porosidade apresentada se refere a apenas uma camada de tecido e está associada ao maior espaçamento existente entre a trama e o urdume, devido à falta de controle de espessura dos cabos de sisal, como visualizado na Figura 3.1.

4.2 MASSA ESPECÍFICA

4.2.1 Fibra de Sisal

Os pesquisadores Sreekumar et al. (2009), Taj et al. (2007), Zárate et al. (2003), Rong et al. (2001) e Sydenstricker et al. (2003) apresentaram valores de massa específica para a fibra de sisal de 1,45 g/cm^3, 1,5 g/cm^3, 1,36 g/cm^3, 1,29 g/cm^3 e 1,26 g/cm^3, respectivamente, mas como a massa específica das fibras varia em função da sua origem e também dos tratamentos aplicados na superfície, decidiu-se realizar ensaios de picnometria para a determinação da massa específica da fibra utilizada, após lavagem em água fervente e secagem em estufa.

A Tabela 5.2 apresenta os dados obtidos no ensaio para determinação da massa específica do sisal, sendo o valor adotado para fins de cálculo o de 1,33 g/cm^3.

Tabela 5.2 – Dados de picnometria - determinação da massa específica do sisal

Corrida	**Volume do sisal (cm^3)**	**Massa específica do sisal (g/cm^3)**
1	0,9484	1,2327
2	0,8496	1,3760
3	0,8384	1,3944
4	0,8169	1,4312
5	0,8893	1,3146
6	0,9543	1,2251
7	0,9321	1,2542
8	0,8251	1,4170
9	0,8418	1,3888
10	0,9026	1,2952
Média (g/cm^3)		**1,3329**
Desvio-padrão		**0,0783**
Coeficiente de variação (%)		**5,87**

4.2.2 Resina Epóxi

A Tabela 5.3 apresenta os dados obtidos no ensaio, para a determinação da massa específica da resina epóxi curada, sendo o valor considerado para fins de cálculo de 1,15 g/cm^3.

Tabela 5.3 – Dados de Picnometria - determinação da massa especifica da resina epóxi curada

Corrida	Volume da resina (cm^3)	Massa específica da resina (g/cm^3)
1	0,9468	1,1501
2	0,9459	1,1512
3	0,9460	1,1511
4	0,9449	1,1524
5	0,9440	1,1535
6	0,9450	1,1523
7	0,9441	1,1533
8	0,9442	1,1532
Média (g/cm^3)		**1,1521**
Desvio-padrão		**0,0012**
Coeficiente de variação (%)		**0,106**

4.2.3 Compósito sisal/epóxi

A Tabela 5.4 apresenta os dados obtidos no ensaio para determinação da massa específica do compósito, sendo o valor considerado para fins de cálculo de 1,22 g/cm^3.

Tabela 5.4 – Dados de picnometria - determinação da massa específica do compósito sisal/epóxi

Corrida	Volume do compósito (cm^3)	Massa específica do compósito (g/cm^3)
1	1,0509	1,2144
2	1,0473	1,2185
3	1,0450	1,2201
4	1,0450	1,2213
5	1,0458	1,2204
6	1,0442	1,2222
7	1,0454	1,2207
8	1,0443	1,2221
9	1,0447	1,2216
10	1,0448	1,2214
Média (g/cm^3)		**1,2203**
Desvio-padrão		**0,0023**
Coeficiente de variação (%)		**0,191**

Estimando a massa específica do compósito, aplicando a regra básica de misturas, equação (18), em que consideramos as massas específicas da fibra (ρ_f) e da matriz (ρ_m), além do volume ocupado por ambos, V_f e V_m, respectivamente, temos que:

$$\rho_c = \rho_f \cdot V_f + \rho_m \cdot V_m = 1{,}3329 \cdot 0{,}394 + 0{,}1521 \cdot 0{,}606 = 1{,}2233\ g/cm^3 \qquad (18)$$

O valor calculado de ρ_c é bem próximo ao fornecido pela análise de picnometria, confirmando que o compósito produzido possui, em média, uma fração volumétrica de 39,4%.

4.3 VISCOSIDADE DA RESINA EPÓXI

A partir da Figura 5.1 pode-se observar a viscosidade da mistura de epóxi e endurecedor, após serem misturados por 1min, com relação ao tempo.

É importante salientar que, para o processamento, o tempo de mistura dos componentes foi de 10 min, sendo que, essa mistura permanece por mais 20 min sob vácuo para a retirada das bolhas e, em seguida, a mistura é colocada dentro do cilindro da injetora. Considerando mais 20 min até o início da injeção (transferência da resina para o cilindro, purga da resina para retirada de bolhas, conexão da injetora no molde e seleção dos parâmetros na injetora), a resina começa a ser injetada somente 50 min após ser preparada. Então, a viscosidade inicial da resina a ser considerada para injeção, a 26°C, é de aproximadamente 150 mPa.s, obtida a partir da Figura 5.1.

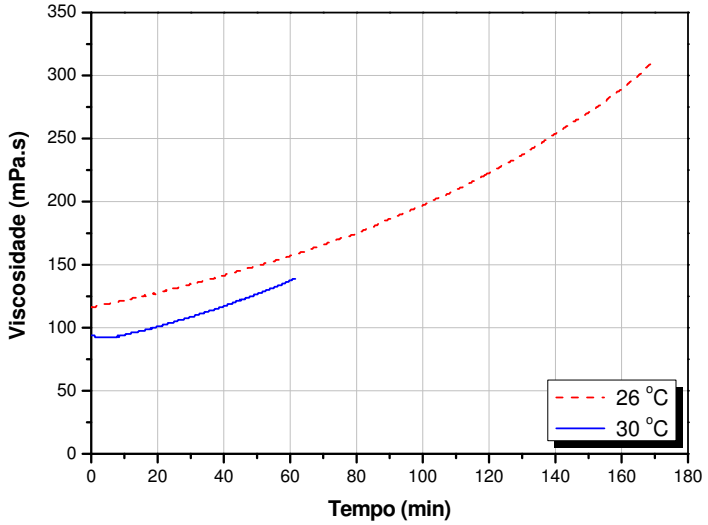


Figura 5.1 – Gráfico da viscosidade *versus* tempo da mistura de epóxi e endurecedor para as temperaturas de 26°C e 30°C.

Analisando a Figura 5.1, nota-se que com o aumento da temperatura houve uma diminuição de pelo menos 25 mPa.s, até 60 min, na viscosidade da resina. Porém, como a viscosidade a 26°C era baixa suficiente para o processo de injeção por RTM, optou-se por

injetar a resina na temperatura de 26°C.

Como a viscosidade da resina aumenta com relação ao tempo, para o estudo de permeabilidade a 26°C foi considerada a viscosidade de 175 mPa.s (tempo de 80 min), pois levou-se em conta 30 min de injeção, além dos 50 min de preparo.

4.4 ANÁLISE TÉRMICA

4.4.1 Termogravimetria

4.4.1.1 Fibra de sisal

As curvas TGA e DTG de três amostras da fibra de sisal são apresentadas na Figura 5.2, enquanto que os dados são apresentados na Tabela 5.5.

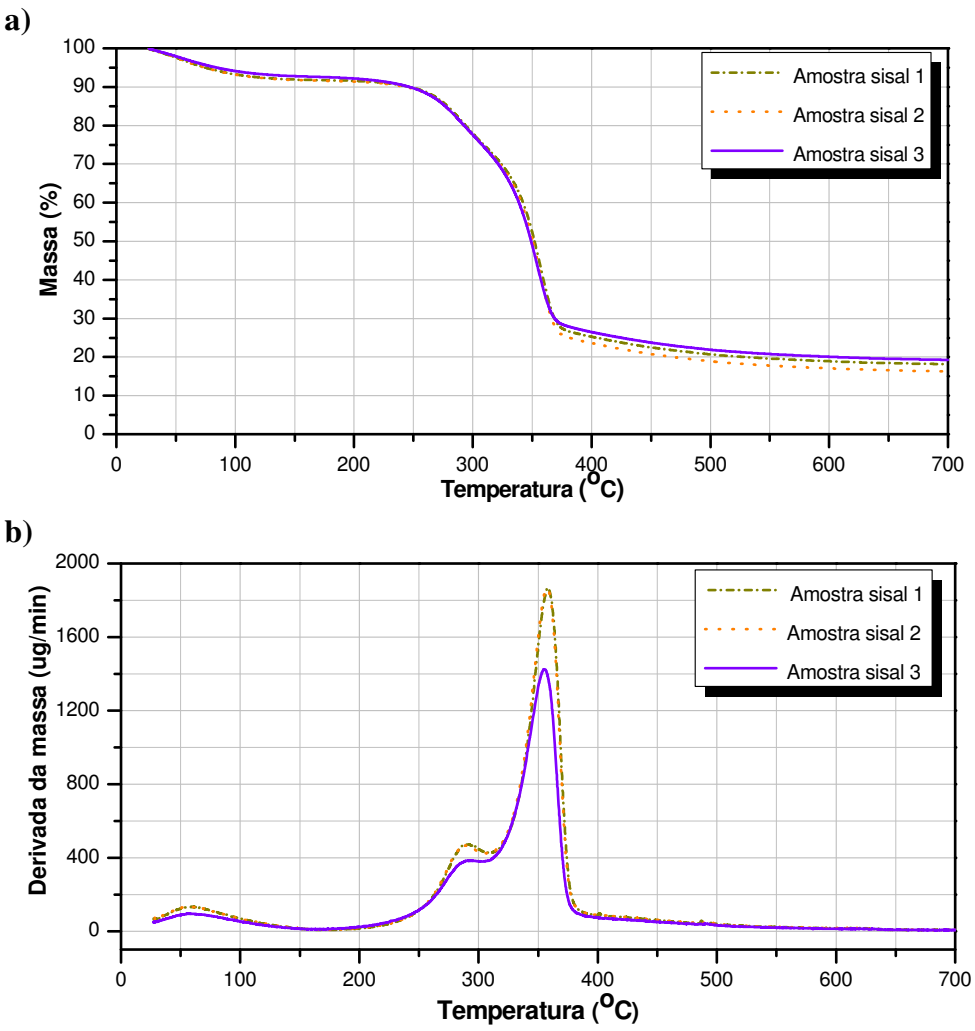


Figura 5.2 – Fibra de sisal: a) Curvas TGA e b) Curvas DTG

A Figura 5.2b indica três estágios de perda de massa da fibra de sisal, sendo que o primeiro estágio representa a perda de umidade da fibra que foi de, aproximadamente, 7%. O segundo estágio está relacionado com a decomposição da lignina, com pico máximo de degradação por volta de 289ºC, enquanto que, o terceiro a 357ºC ao da celulose, como sugere a literatura (JOSEPH et al., 2003; MOTHÉ e ARAÚJO, 2004; MOHANTY e NAYAK, 2006).

A temperatura inicial de degradação foi em torno de 177ºC, em 350ºC sua perda de massa foi por volta de 49% e em 357ºC pode-se observar um pico na curva de DTG indicando onde a velocidade de decomposição foi máxima.

Como a cura da resina pode ser realizada em temperatura superior à temperatura ambiente, foi de grande importância a determinação da temperatura inicial de degradação da fibra de sisal, pois verificou-se que, tanto a temperatura de processamento, quanto a de cura da resina epóxi não deveria ultrapassar 177^{o}C, quando levada em consideração sua estabilidade térmica.

Tabela 5.5 - Resultados de TGA das amostras da fibra de sisal

Características \ Amostra			1	2	3	Média ± Desvio-Padrão
Temperatura inicial da degradação (ºC)			179,6	179,3	171,8	**176,9 ± 4,4**
Perda de massa (%)		**110ºC**	7,2	7,3	6,3	**6,9 ± 0,55**
		350ºC	47,7	49,5	51,1	**49,4 ± 1,7**
		500ºC	79,3	81,1	78,1	**79,5 ± 1,5**
Temperatura (ºC)	**Pico 1**	**Inicial**	27,0	29,0	28,0	**28,0 ± 1,0**
		Pico	57,6	55,4	55,5	**56,2 ± 1,2**
		Final	158,4	159,4	150,6	**156,1 ± 4,8**
	Pico 2	**Inicial**	179,6	179,3	171,8	**176,9 ± 4,4**
		Pico	290,0	288,2	289,5	**289,2 ± 0,93**
		Final	308,7	305,3	302,9	**305,6 ± 2,9**
	Pico 3	**Inicial**	308,7	305,3	302,9	**305,6 ± 2,9**
		Pico	358,2	357,5	354,8	**356,8 ± 1,8**
		Final	396,6	397,3	398,6	**397,5 ± 1,0**
Resíduo a 700ºC (%)			18,2	16,3	19,3	**17,9 ± 1,5**

4.4.1.2 Resina Epóxi

As curvas TGA e DTG da resina epóxi curada são apresentadas na Figura 5.3, enquanto que os dados extraídos da análise são apresentados na Tabela 5.6.

Apenas um estágio de decomposição pode ser observado na Figura 5.3b, cujo pico máximo ocorre por volta de 381°C. A temperatura inicial da degradação encontra-se em torno de 281ºC, indicando que este material não deve ser exposto a temperaturas próximas a esta, pois atingido este valor, a integridade da resina epóxi é comprometida.

De acordo com os pesquisadores Frache et al. (2011), o processo de degradação da resina epóxi envolve a eliminação de água, seguida pela cisão homolítica de estruturas cruzadas resultando em fragmentos voláteis. Mas, a volatilização é limitada pela recombinação de fragmentos e rearranjos, tais como a ciclização que produz uma estrutura parcialmente queimada (chamuscada) e relativamente estável. A 500ºC a perda de massa é de 91%, sendo que em 700ºC seu resíduo é de 7,4%.

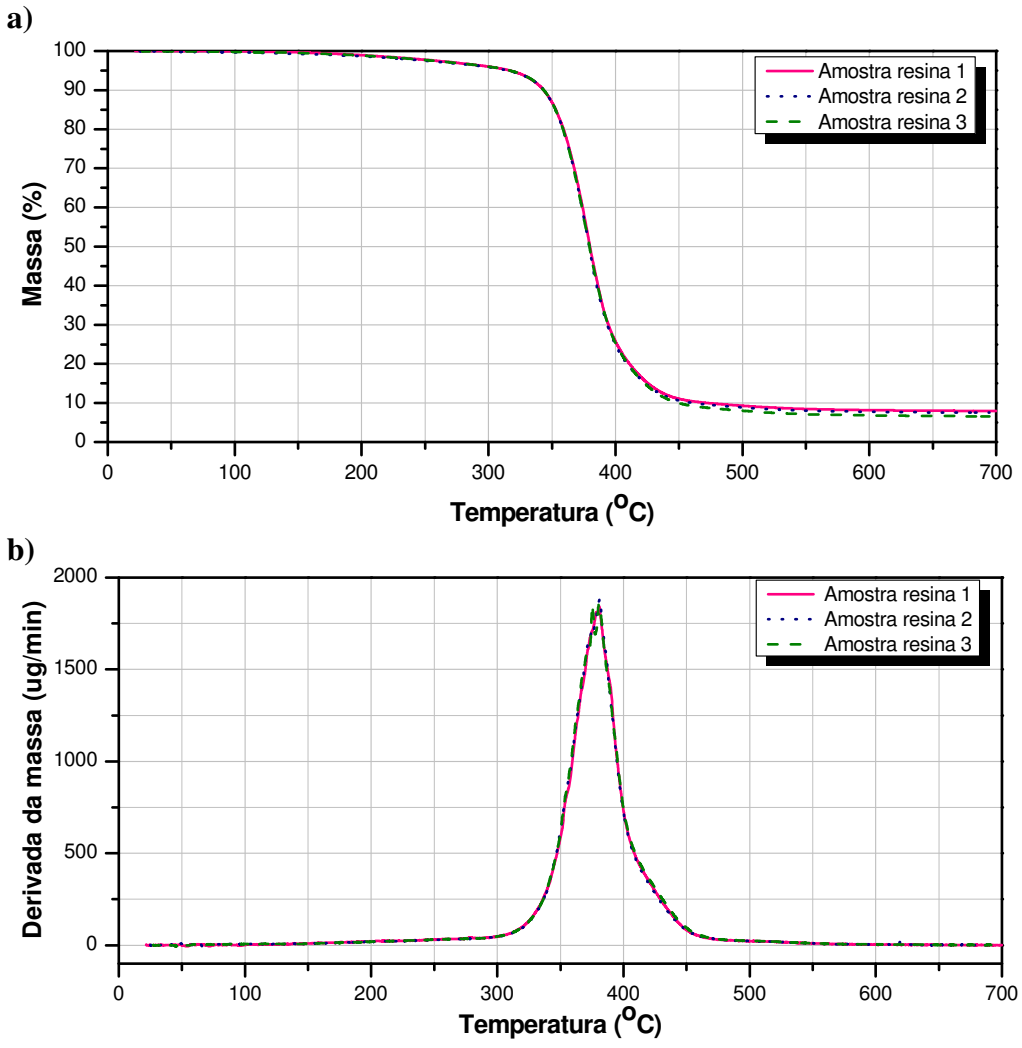


Figura 5.3 – Resina epóxi curada: a) Curvas TGA e b) Curvas DTG

Tabela 5.6 - Resultados da análise por TGA das amostras da resina epóxi curada

Características \ Amostra		1	2	3	Média ± Desvio-Padrão
Temperatura inicial da degradação (ºC)		275,4	280,3	287,5	**281,1 ± 6,1**
Perda de massa (%)	**110ºC**	0,10	0,42	0,22	**0,25 ± 0,16**
	350ºC	13,2	13,3	13,2	**13,2 ± 0,06**
	500ºC	90,7	91,1	92,0	**91,3 ± 0,67**
Temperatura (ºC) Pico 1	**Inicial**	275,4	280,3	287,5	**281,1 ± 6,1**
	Pico	380,7	381,3	380,7	**380,9 ± 0,51**
	Final	481,7	476,8	474,7	**477,7 ± 3,6**
Resíduo a 700ºC (%)		8,0	7,6	6,6	**7,4 ± 0,72**

4.4.1.3 Compósito sisal/epóxi

As curvas TGA e DTG de três amostras analisadas do compósito sisal/epóxi são apresentadas na Figura 5.4 e os dados extraídos da análise são apresentados na Tabela 5.7.

Tabela 5.7 - Resultados da análise por TGA das amostras do compósito sisal/epóxi

Características \ Amostra			1	2	3	Média ± Desvio-Padrão
Temperatura inicial da degradação (ºC)			181,9	181,6	182,5	**182,0 ± 0,46**
Perda de massa (%)		**110ºC**	2,4	3,4	4,3	**3,4 ± 0,95**
		350ºC	27,9	29,8	34,8	**30,8 ± 3,6**
		500ºC	85,5	85,2	85,5	**85,4 ± 0,17**
Temperatura (ºC)	**Pico 1**	**Inicial**	22,0	30,0	21,0	**24,3 ± 4,9**
		Pico	81,4	65,1	76,5	**74,3 ± 8,4**
		Final	144,3	138,3	146,8	**143,1 ± 4,4**
	Pico 2	**Inicial**	181,9	181,6	182,5	**182,0 ± 0,46**
		Pico	292,5	295,7	291,4	**293,2 ± 2,2**
		Final	298,7	305,3	306,6	**303,5 ± 4,2**
	Pico 3	**Inicial**	298,7	305,3	306,6	**303,5 ± 4,2**
		Pico	366,2	363,7	362,5	**364,1 ± 1,9**
		Final	468,8	466,4	471,9	**469,0 ± 2,8**
Resíduo a 700ºC (%)			12,8	13,1	13,1	**13,0 ± 0,17**

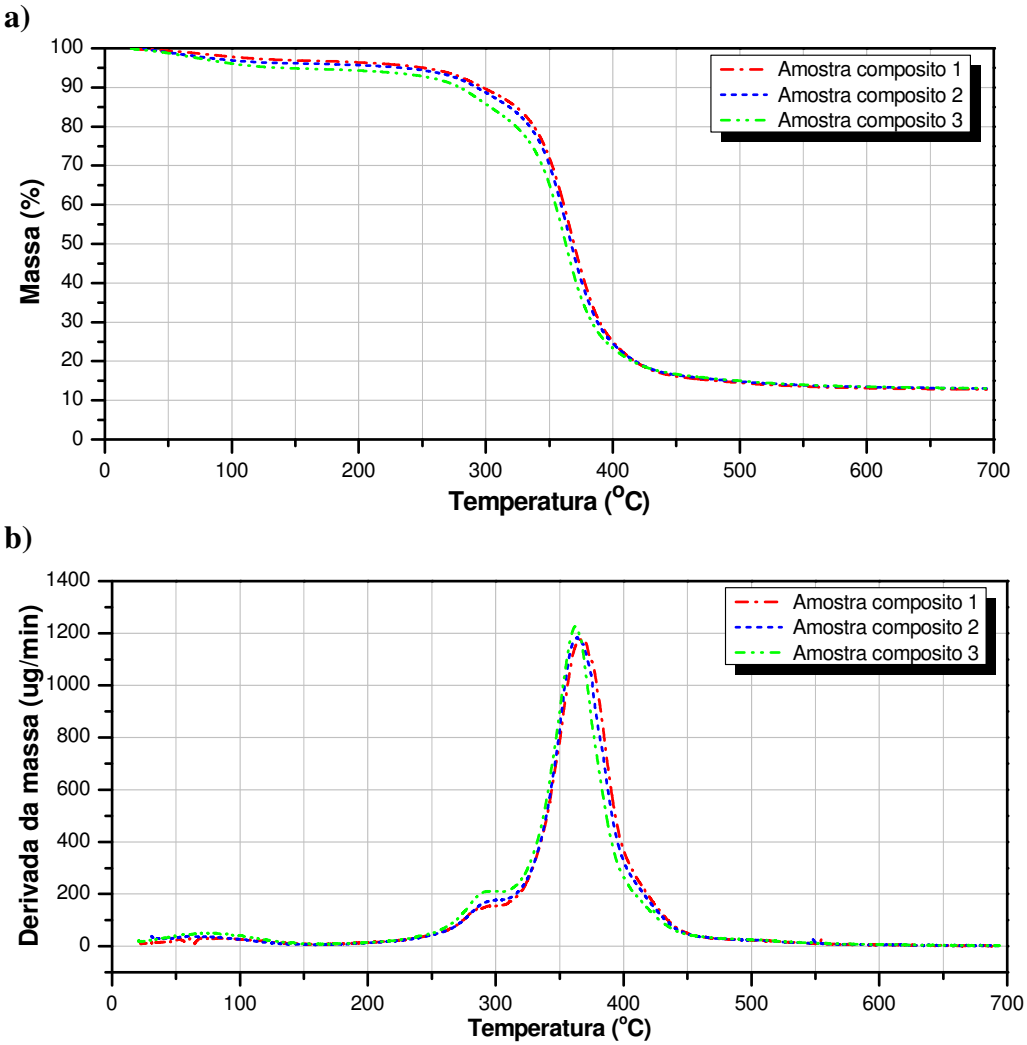


Figura 5.4 – Compósito sisal/epóxi: a) curvas TGA e b) curvas DTG

Três estágios de decomposição podem ser observados na Figura 5.4b. O primeiro estágio corresponde à perda da água presente na fibra de sisal e o segundo pode ser atribuído à temperatura inicial da degradação do compósito, em torno de 182ºC (MOTHÉ e AZEVEDO, 2002). O terceiro pico corresponde às degradações da celulose da fibra e das ligações cruzadas da resina, que se sobrepõem. A 500ºC a perda de massa é de 85,4%, sendo que em 700ºC o resíduo é de 13%.

A seguir, na Figura 5.5 são apresentadas as curvas TGA e DTG das matérias-primas e do compósito a fim de facilitar a comparação visual do comportamento térmico dos três materiais.

A Figura 5.5a mostra que a temperatura de início de degradação do compósito sisal/epóxi de 182ºC é maior do que a da fibra (177ºC), porém menor que a da resina epóxi pura (281ºC).

A curva DTG do compósito sisal/epóxi, Figura 5.5b, evidencia três picos com valores

máximos em: 74ºC, 293ºC e 364ºC. O primeiro pico observado corresponde à vaporização da água contida nas fibras. O segundo pode ser atribuído ao início da degradação (MOTHÉ e AZEVEDO, 2002) e está correlacionado à degradação da lignina, sendo o terceiro pico correspondente às degradações da celulose da fibra e das ligações cruzadas da resina epóxi, que se sobrepõem.

A 350ºC a perda de massa do compósito é de aproximadamente 31%, sendo que em 700ºC seu resíduo é de 13%, menor que o da fibra (18%), porém maior que o da resina (7,4%).

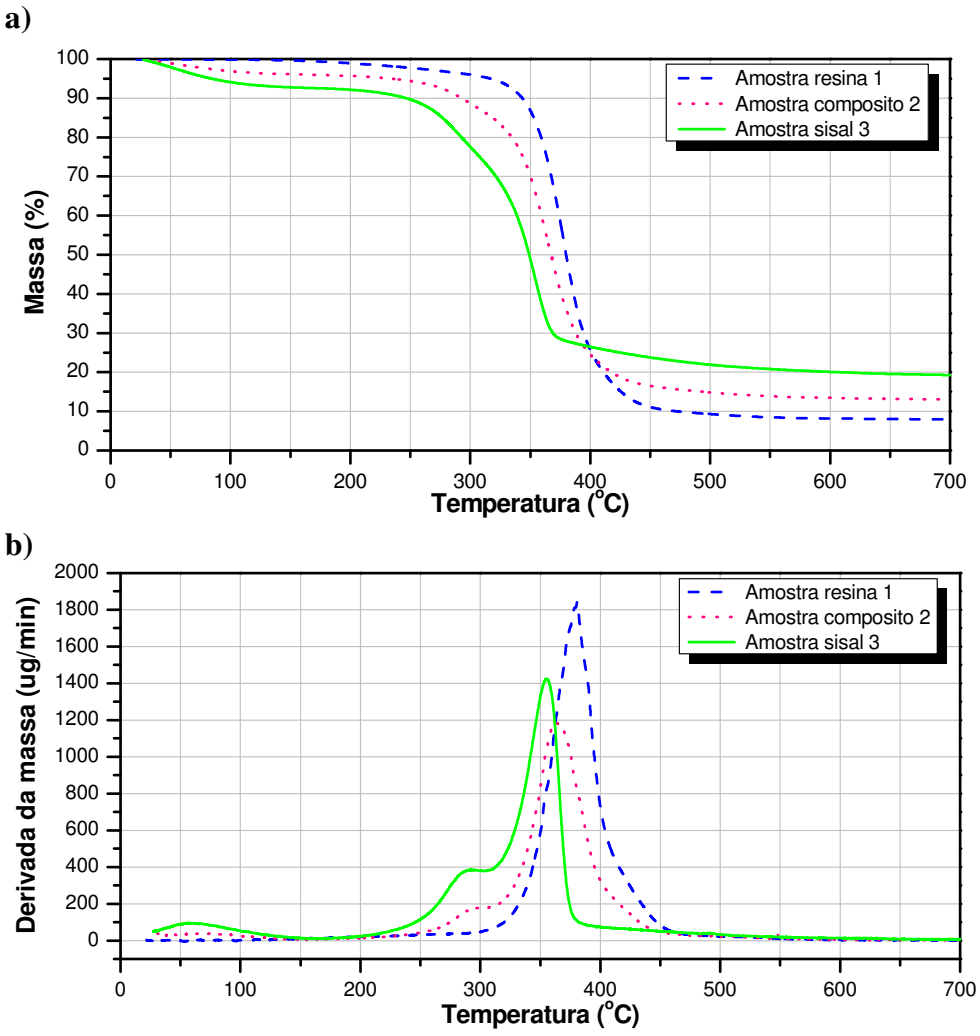


Figura 5.5 – Resina epóxi, fibra de sisal e compósito sisal/epóxi: a) curvas TGA e b) curvas DTG

A Tabela 5.8 apresenta as temperaturas do início da degradação das matérias-primas (fibra de sisal e resina) e do compósito e a perda de massa para as temperaturas de 110ºC, 350ºC e 500ºC, além do resíduo a 700ºC apresentados nas curvas TGA/DTG.

Tabela 5.8 – Temperaturas iniciais de degradação e perda de massa dos materiais a partir da termogravimetria em atmosfera de nitrogênio

Características / Material	Temperatura de início da degradação (ºC) ± DP	Perda de massa (%) ± DP			Resíduo a 700ºC (%) ± DP
		110ºC	350ºC	500ºC	
Fibra de sisal lavada	**176,9 ± 4,4**	6,9 ± 0,55	49,4 ± 1,7	79,5 ± 1,5	17,9 ± 1,5
Compósito sisal/epóxi	**182,0 ± 0,46**	3,4 ± 0,95	30,8 ± 3,6	85,4 ± 0,17	13,0 ± 4,9
Resina epóxi	**281,1 ± 6,1**	0,25 ± 0,16	13,2 ± 0,06	91,3 ± 0,67	7,4 ± 0,72

DP – Desvio-padrão

A Tabela 5.8 apresenta as características na ordem do material menos estável, que é a fibra de sisal, para os materiais mais estáveis termicamente, o compósito sisal/epóxi e a resina epóxi.

Foi constatado que o valor apresentado para a temperatura inicial de degradação do compósito sisal/epóxi foi mais próximo ao valor apresentado para a fibra de sisal do que para resina.

Para o compósito que contém a fibra de sisal como reforço, assim como para o sisal puro, observa-se que a perda de massa a 110ºC é atribuída à perda de água das fibras, uma vez que esta é um material natural hidrófilo. Contudo, o compósito sisal/epóxi apresentou menor perda de massa nesse primeiro pico, indicando menor teor de umidade quando comparado à fibra de sisal.

O compósito sisal/epóxi apresentou maior estabilidade do que a fibra de sisal, porém menor do que a resina pura. Ou seja, a adição deste reforço favoreceu a diminuição da estabilidade do compósito, quando comparado com a resina epóxi pura.

Para a aplicação do material estudado como reforço em estruturas de madeira, um dos parâmetros a ser considerado é a temperatura inicial de degradação, sendo porém outras transições a serem determinadas pela análise por DMA e, nesse caso, o módulo elástico associado á rigidez do material, item 5.4.3.

4.4.2 Calorimetria Exploratória Diferencial

4.4.2.1 Resina Epóxi

A análise dinâmica para a caracterização da mistura de resina mais o agente de cura, e posterior definição da temperatura termodinâmica favorável à completa polimerização da

resina epóxi, é mostrada na Figura 5.5.

A Tabela 5.9 apresenta os dados extraídos da curva DSC da mistura epóxi/endurecedor (Figura 5.6) como a temperatura inicial e final de polimerização.

Tabela 5.9 - Resultados da análise por DSC da mistura de resina epóxi + agente de cura

Material	$T_{inicial}$ (°C)	T_{pico} (°C)	T_{final} (°C)	ΔH (mJ/mg)
Mistura epóxi	60,0	128,2	240,0	-232,0

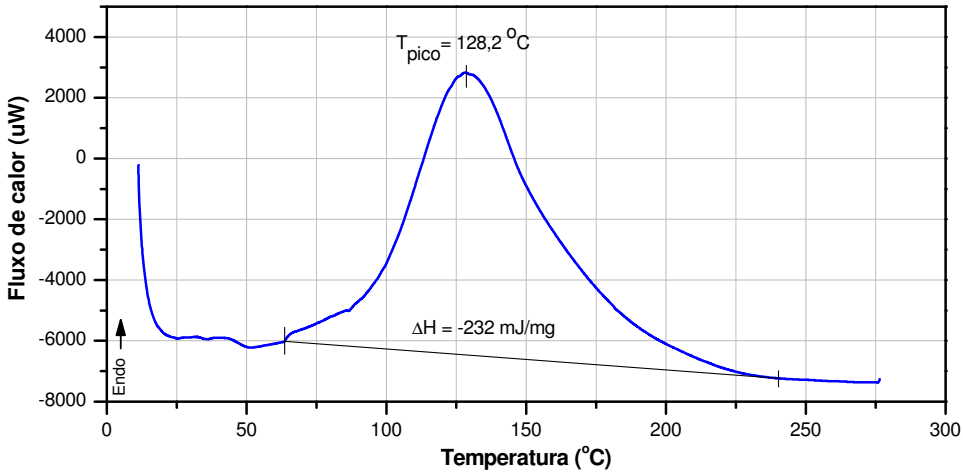


Figura 5.6 – Curva DSC dinâmica da mistura de resina epóxi + agente de cura

Observa-se que, a temperatura inicial de polimerização é de 60,0ºC para a resina epóxi. A temperatura de pico da reação de polimerização é em torno de 128ºC, sendo que nesta temperatura a reação ocorre com maior velocidade.

O valor negativo de **ΔH** evidencia que a reação de polimerização da resina é exotérmica, liberando calor, com uma entalpia da reação no valor de 232 mJ/mg.

A temperatura inicial de polimerização foi escolhida para o estudo isotérmico, ou seja, 60ºC, a qual possibilitou estimar o tempo mínimo de cura da resina estudada (Figura 5.7). Optou-se por baixa temperatura de polimerização para que houvesse tempo suficiente para a saída dos voláteis gerados durante o processo de cura.

Analisando a curva DSC da mistura epóxi conclui-se que, para a temperatura de 60°C, o tempo necessário para a cura da resina é de, no mínimo, 180 min.

Foram processados dois laminados do compósito sisal/epóxi. Cada laminado, após injeção da resina em temperatura ambiente, foi polimerizado na temperatura de 60°C por 4 horas. Porém, para a verificação da cura total, foram retiradas amostras de resina dos

laminados produzidos e essas submetidas ao aquecimento por DSC, sendo as análises apresentadas na Figura 5.8.

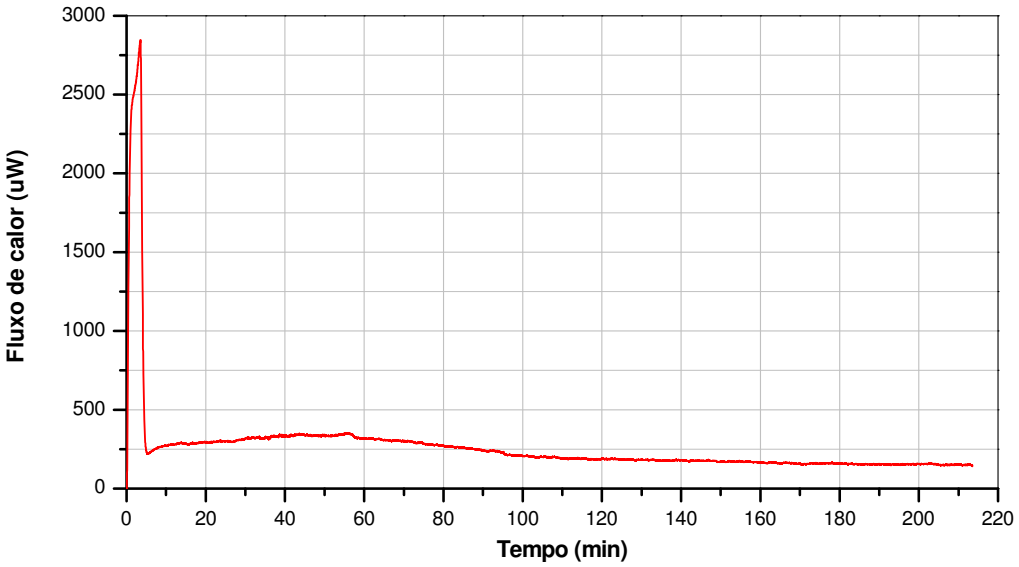


Figura 5.7 – Gráfico DSC do fluxo de calor em função do tempo:
Isoterma a 60°C da mistura epóxi

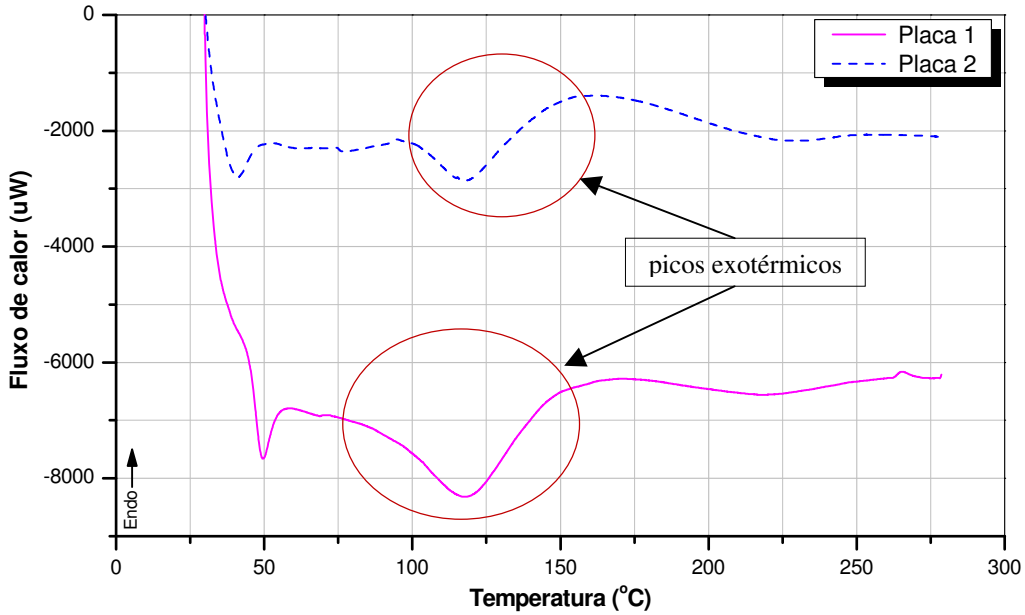


Figura 5.8 – Gráfico DSC do fluxo de calor em função da temperatura da resina epóxi após o processamento RTM para avaliação da extensão da cura

A partir da Figura 5.8, verificou-se que o tempo de 4 horas utilizado para a cura a 60ºC da resina epóxi era inferior ao mínimo necessário, uma vez que, as duas amostras apresentaram picos exotérmicos (circulados em vermelho), que são atribuídos à continuidade da reação de cura de grupos que ainda não estavam polimerizados. A partir dessa análise

concluiu-se que o ideal seria que os compósitos fossem polimerizados, por exemplo, a 60°C no início e depois submetidos a 130°C para a completa polimerização, ainda dentro do molde, pois a pós-cura fora do ferramental (molde) poderia causar o empenamento dos laminados do compósito.

Assim, para que os materiais processados pudessem ser utilizados, os laminados de compósitos, após desmoldagem, foram submetidos a uma pós-cura em estufa, a 100°C por 4 horas. Escolheu-se a temperatura de 100°C, menor do que a sugerida de 130°C, para que não causasse o empenamento da placa.

Depois de submetidas a pós-cura, amostras da resina foram retiradas desses laminados para confirmação da cura, sendo também conduzidas à dupla varredura dinâmica para determinação da temperatura de transição vítrea (T_g).

A T_g de sistemas termorrígidos está relacionada com a movimentação de grupos amorfos reagidos, que dependem das condições em que ocorreu a cura, como temperatura, tempo e taxa de aquecimento.

A Figura 5.9 ilustra as curvas DSC da segunda varredura dinâmica da resina epóxi, e os valores são apresentados na Tabela 5.10, sendo que a T_g média da resina epóxi é de 50,6ºC, valor bem próximo ao apresentado pelo ASM Handbook (2001) de 51ºC para a resina epóxi formulada com 62% de Diglicidil éter bisfenol-A e 38% de Ancamine 2143. Portanto, à temperatura ambiente esta resina apresenta comportamento mecânico de um material rígido.

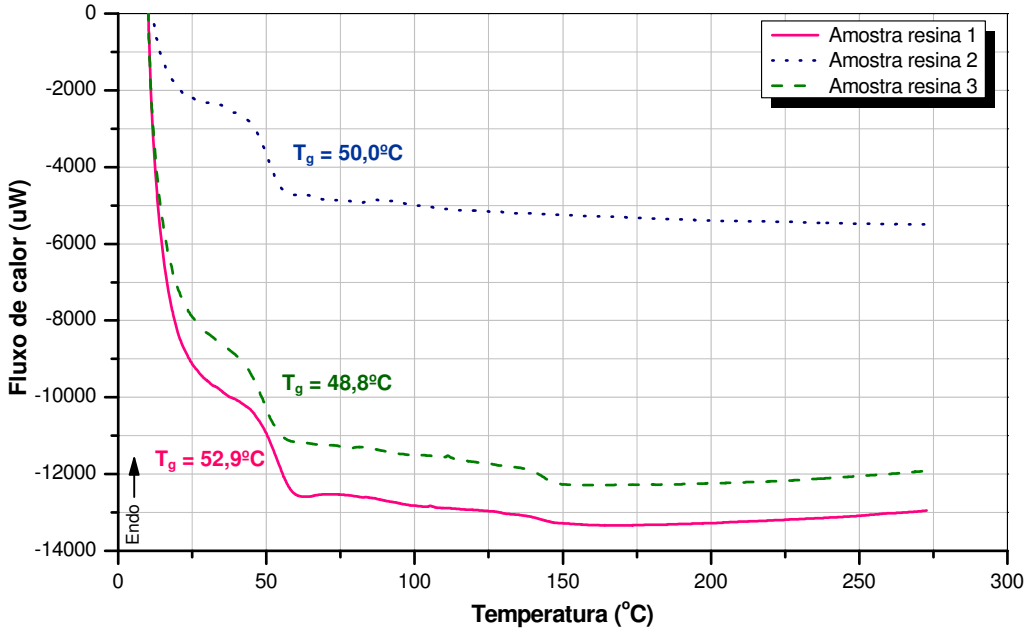


Figura 5.9 – Curvas DSC da segunda varredura dinâmica para três amostras da resina epóxi curada a 60ºC por 4h e submetida à pós-cura a 100ºC por 4h

Tabela 5.10 – Temperatura de transição vítrea – T_g após segunda varredura dinâmica por DSC da resina epóxi

Amostra / Propriedade	Resina 1	Resina 2	Resina 3	Média	Desvio-padrão
T_g (°C)	52,9	50,0	48,8	**50,6**	**2,1**

Segundo a literatura, a temperatura de transição vítrea (T_g) é a temperatura na qual um polímero amorfo deixa de ser rígido e relativamente frágil e se torna mais viscoso ou borrachoso (ASTM D883, 2008). Quando um polímero é aquecido acima da T_g, a rotação molecular em volta de ligações simples apresenta uma maior mobilidade. A presença de estruturas rígidas no polímero, como por exemplo, os grupos fenóis e a presença de ligações intermediárias podem limitar a movimentação, aumentando a T_g (STUART, 2003).

4.4.2.2 Compósito sisal/epóxi

Depois de submetidas à pós-cura, amostras do compósito foram retiradas dos laminados e conduzidas à dupla varredura dinâmica para a determinação da temperatura de transição vítrea (T_g).

A Figura 5.10 ilustra as curvas DSC da segunda varredura dinâmica de três amostras do compósito, e os valores são apresentados na Tabela 5.11, sendo que a T_g média do compósito sisal/epóxi é de 49,0ºC. Portanto, assim como a resina epóxi, à temperatura ambiente o compósito se comporta mecanicamente como um material rígido.

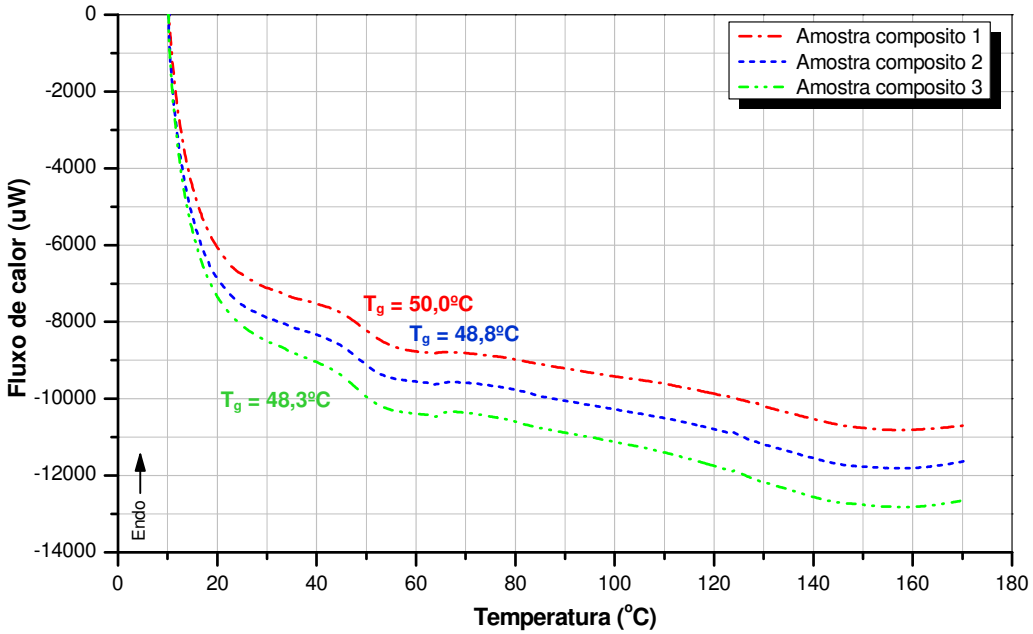


Figura 5.9 – Curvas DSC da segunda varredura dinâmica para três amostras do compósito sisal/epóxi curado a 60ºC por 4h e submetido à pós-cura a 100ºC por 4h

Tabela 5.11 – Temperatura de transição vítrea – T_g após segunda varredura dinâmica por DSC do compósito

Amostra / Propriedade	Compósito 1	Compósito 2	Compósito 3	Média	Desvio-padrão
T_g (^oC)	50,0	48,6	48,3	**49,0**	**0,91**

4.4.3 Análise Dinâmico-Mecânica

4.4.3.1 Resina Epóxi

A Figura 5.10 ilustra as curvas do módulo dinâmico (E'), do módulo da perda (E'') e do amortecimento (tan δ) de três amostras da resina epóxi e os valores são apresentados nas Tabelas 5.12 e 5.13.

Conforme citado no item 3.6.3, a determinação da temperatura de transição vítrea (T_g) dos materiais estudados foi feita de acordo com a norma ASTM D7028, que considera a intersecção das duas linhas tangentes apresentadas na curva logarítmica do módulo dinâmico (E').

A T_g média da resina epóxi, encontrada por DMA, pelo log E', é de 44,8^{o}C, valor menor que o encontrado por DSC (50,6ºC). Mas, segundo o ASM Handbook (2001), tanto as análises por DSC e por TMA quanto à de DMA conseguem detectar a T_g de polímeros e de compósitos poliméricos. Porém, a análise dinâmico-mecânica detecta o mesmo parâmetro com maior precisão, uma vez que o DMA oferece uma sensibilidade de, no mínimo, duas ordens de grandeza a mais com respeito ao DSC. Portanto, a T_g a ser considerada para a resina epóxi é a de 44,8ºC, pois trata-se de um valor mais conservativo.

Tabela 5.12 – Temperatura de transição vítrea – T_g , segundo ASTM D7028, extraída das curvas logarítmicas do módulo dinâmico (E') após ensaio por DMA da resina epóxi

Amostra / Propriedade	Resina 1	Resina 2	Resina 3	Média	Desvio-padrão
T_g (^oC)	45,3	44,7	44,4	**44,8**	**0,46**

Como o DMA possui maior sensibilidade do que o DSC, consequentemente, o desvio-padrão apresentado para a T_g por DMA, de 0,46 foi 4 (quatro) vezes menor que o apresentado pelo DSC, de 2,1.

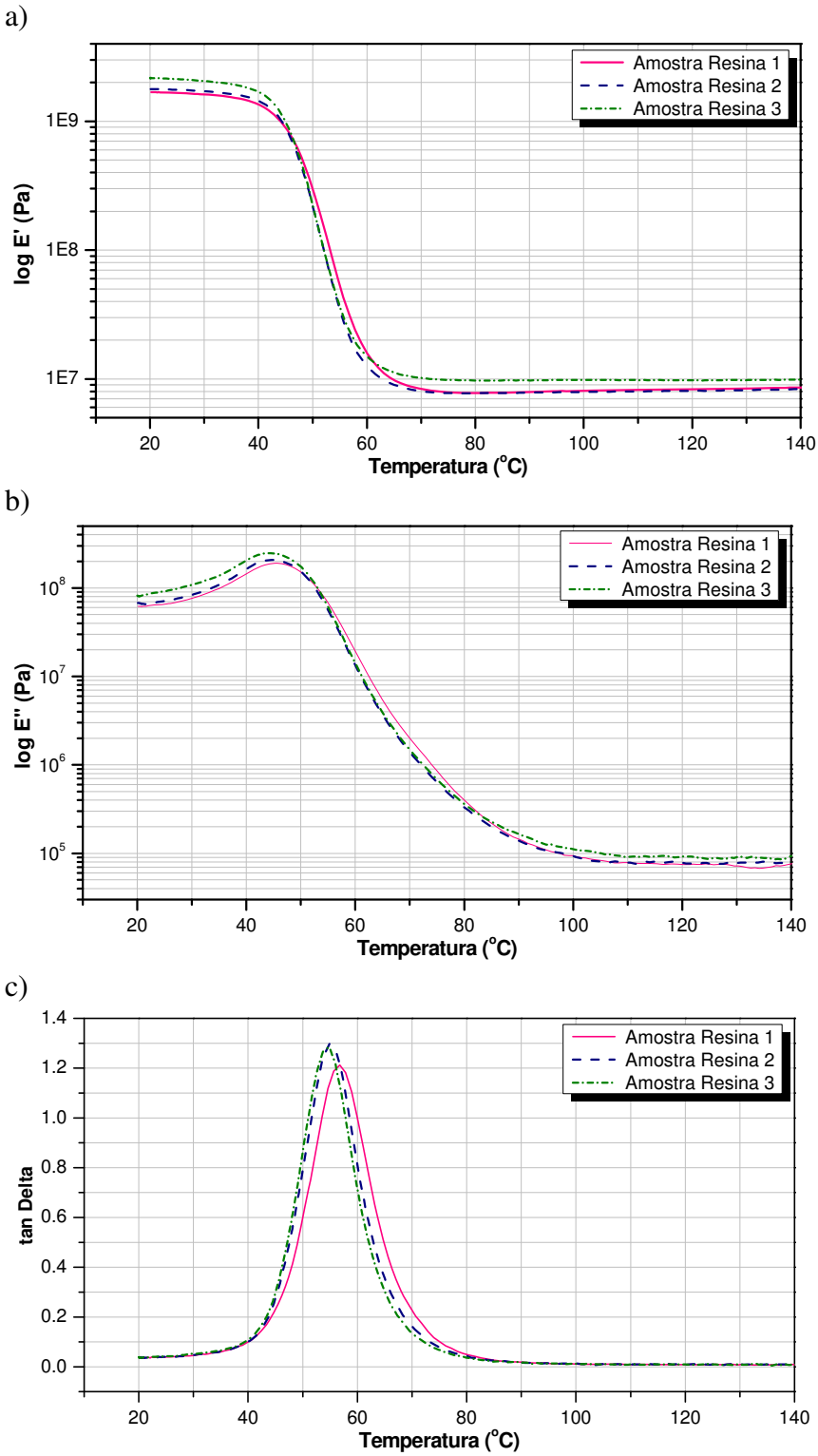


Figura 5.10 - Curvas DMA para três amostras da resina epóxi: a) do módulo dinâmico (E'), b) módulo da perda (E") e c) amortecimento (tan δ)

A curva tan δ apresenta um pico de relaxação bem definido com valor máximo médio de 1,27 a 55,5 ºC (Tabela 5.13).

Tabela 5.13 – Dados extraídos do amortecimento (tan δ) e das curvas logarítmicas dos módulos de perda (E'') e de armazenamento (E') após ensaio por DMA da resina epóxi

Amostra / Propriedade	Resina 1	Resina 2	Resina 3	Média	Desvio-padrão
Temperatura de Pico de tan δ (°C)	56,8	54,9	54,8	**55,5**	**1,13**
Valor máximo de tan δ	1,212	1,298	1,286	**1,266**	**0,047**
Temperatura de Pico de E'' (°C)	45,2	44,7	44,5	**44,8**	**0,36**
Valor máximo de E'' (GPa)	0,19	0,21	0,25	**0,22**	**0,03**
Valor máximo de E' (GPa)	1,6	1,6	1,9	**1,7**	**0,17**

4.4.3.2 Compósito sisal/epóxi

Depois de submetidas a pós-cura, amostras do compósito foram retiradas dos laminados e conduzidas à análise por DMA.

A Figura 5.11 ilustra as curvas do módulo dinâmico (E'), do módulo da perda (E'') e do amortecimento (tan δ) de três amostras do compósito, e os valores são apresentados nas Tabelas 5.14 e 5.15.

A temperatura de transição vítrea (T_g) média do compósito sisal/epóxi é de 45,2ºC, assim como para a resina epóxi, o valor da T_g por DMA foi inferior ao apresentado pelo DSC (49,0ºC).

A curva tan δ apresenta um pico de relaxação bem definido com valor máximo médio de 0,432 a 57,1ºC (Tabela 5.14), valor maior do que o encontrado pelos pesquisadores Towo e Ansell (2008) para o compósito unidirecional de sisal/epóxi de 0,117 a 134,1ºC. Essa diferença pode ser justificada, uma vez que, este parâmetro é influenciado pelo tipo de resina empregada (sistema epóxi), reforço, além do processo de cura.

Tabela 5.14 – Dados extraídos do amortecimento (tan δ) e das curvas logarítmicas dos módulos de perda (E'') e do armazenamento (E') após ensaio por DMA do compósito sisal/epóxi

Amostra / Propriedade	Compósito 1	Compósito 2	Compósito 3	Média	Desvio-padrão
Temperatura de Pico de tan δ (°C)	57,2	57,1	56,9	**57,1**	**0,15**
Valor máximo de tan δ	0,429	0,451	0,415	**0,432**	**0,018**
Temperatura de Pico de E'' (°C)	50,4	50,9	51,6	**51,0**	**0,60**
Valor máximo de E'' (GPa)	0,25	0,27	0,25	**0,26**	**0,01**
Valor máximo de E' (GPa)	1,7	1,7	1,7	**1,7**	**0,00**

Tabela 5.15 – Temperatura de transição vítrea – T_g , segundo ASTM D7028, extraída das curvas logarítmicas do módulo dinâmico (E') após ensaio por DMA do compósito sisal/epóxi

Propriedade \ Amostra	Compósito 1	Compósito 2	Compósito 3	Média	Desvio-padrão
T_g (°C)	45,0	45,2	45,5	**45,2**	**0,25**

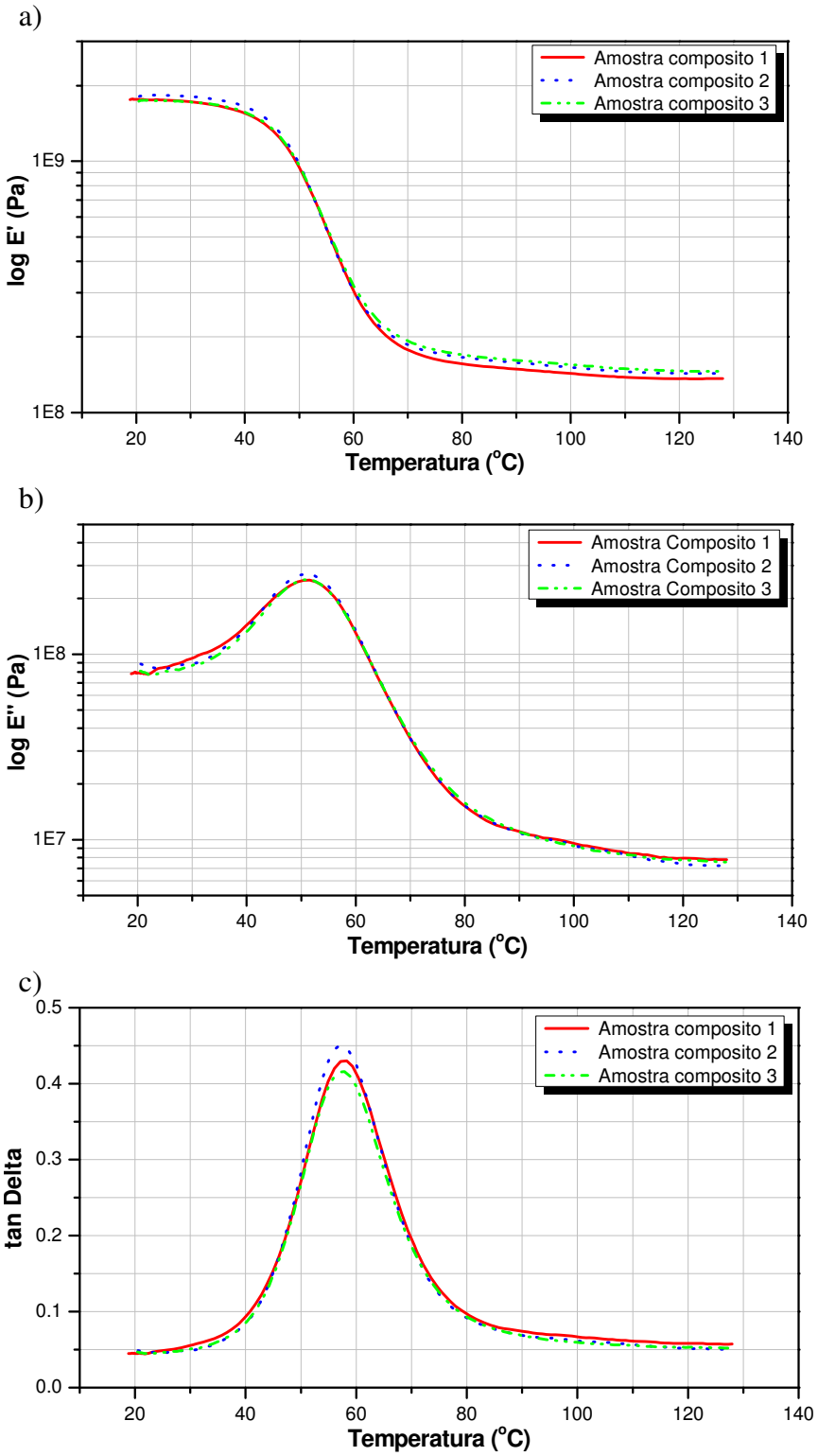


Figura 5.11 - Curvas DMA para três amostras do compósito sisal/epóxi: a) do módulo dinâmico (E'), b) módulo da perda (E'') e c) amortecimento (tan δ)

Segundo os pesquisadores Hameed et al. (2007), o módulo de armazenamento dinâmico (E') é a propriedade mais importante para avaliar a capacidade de suporte de carga de um compósito.

Portanto, analisando a Tabela 5.14 que apresenta o valor máximo de E' e a Figura 5.11a que ilustra o comportamento do módulo dinâmico, conclui-se que a partir de 51^{o}C o compósito começa a perder sua capacidade de suporte de carga. Em função disso, o compósito sisal/epóxi não pode ser aplicado como reforço em estruturas de madeira de telhados, pois no telhado a temperatura local pode alcançar 80^{o}C, e nessa temperatura, o compósito não apresenta a mesma resistência que na temperatura ambiente de 25^{o}C.

Porém, esse compósito pode ser aplicado em vigas e pilares de madeira que não estejam sujeitos a temperaturas superiores a 50^{o}C. Exemplos de aplicações viáveis: estacas, pilares de sustentação e vigas que suportam o piso de madeira.

4.4.3.3 Resina Epóxi X Compósito sisal/epóxi

A seguir, na Figura 5.12 são apresentadas as curvas do módulo dinâmico (E'), do módulo da perda (E") e do amortecimento (tan δ) da resina epóxi e do compósito, a fim de facilitar a comparação visual do comportamento térmico por DMA dos dois materiais.

Quando se compara os valores de T_g da resina epóxi com o compósito (Tabela 5.16), determinados por DMA, não se encontra diferença significativa entre os valores, sendo a T_g = 45^{o}C para ambos materiais. Ou seja, a incorporação da fibra não alterou o valor de transição vítrea com relação à resina pura, indicando que não houve alteração na densidade das ligações cruzadas com a adição das fibras, diferente do encontrado pelos pesquisadores Hameed et al. (2007), em que a adição de fibras de vidro na resina epóxi causou uma redução na T_g .

Observando as curvas do módulo de armazenamento (E') em função da temperatura da resina epóxi e do compósito (Figura 5.12a e Tabela 5.16), nota-se que, para ambos os materiais, o valor máximo de E' é de 1,7 GPa na temperatura ambiente. Porém, conforme a temperatura aumenta o valor de E' diminui até apresentar uma redução brusca, sendo que a redução para a resina epóxi é muito maior do que para o compósito. Ou seja, a diferença entre os módulos do estado vítreo e do elástico é bem menor para o compósito do que para a resina pura, o que indica claramente o efeito do reforço das fibras de sisal sobre as propriedades mecânicas.

Um comportamento similar foi observado no trabalho apresentado pelos pesquisadores Silva et al. (2010), em que tanto a matriz pura de poliuretano quanto o compósito sisal/PU

reforçado com tecido *plain-weave* apresentaram o mesmo valor máximo de E' = 1,8 GPa, sendo que a redução do módulo de armazenamento do polímero é mais brusca do que a do compósito.

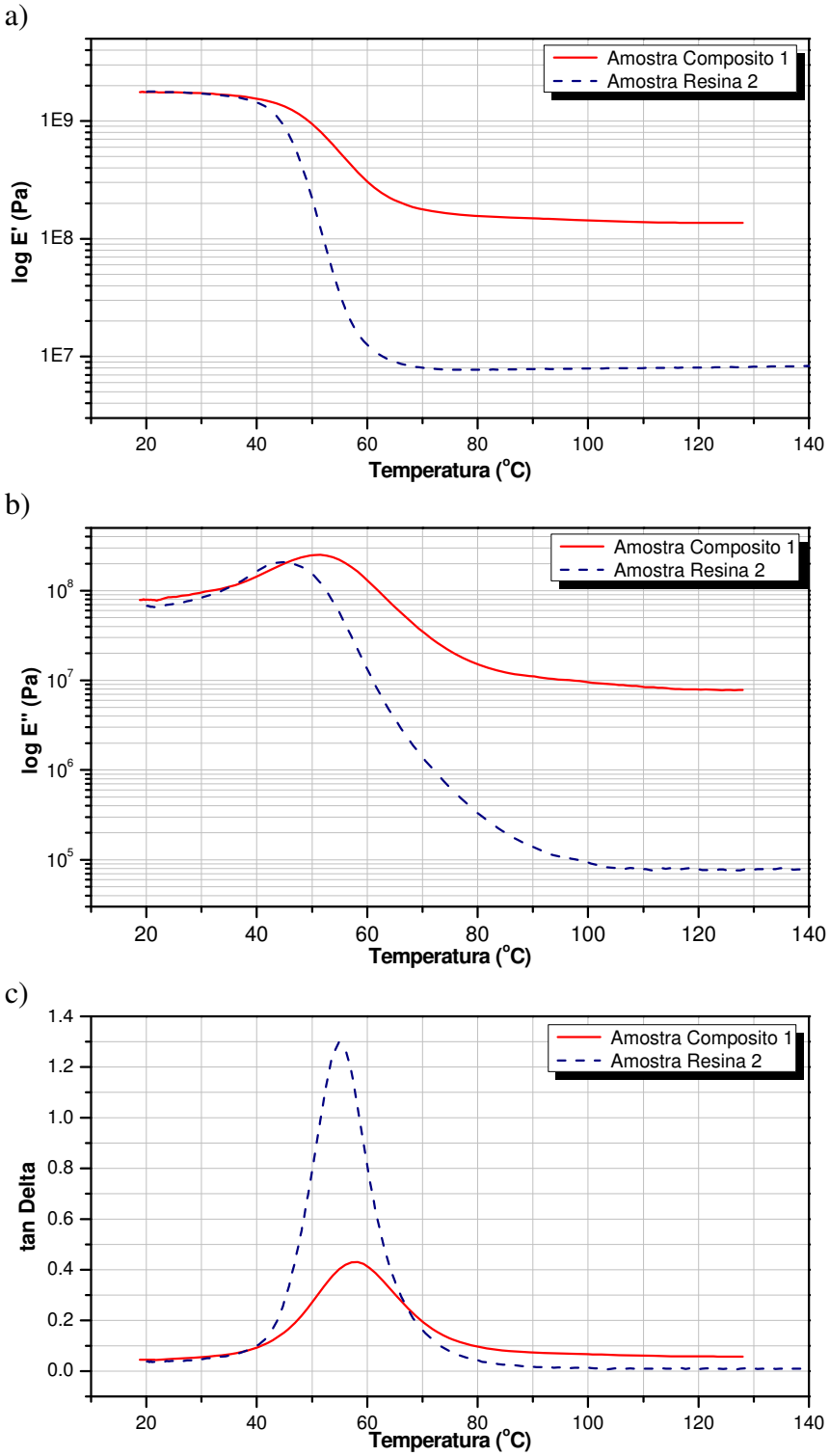


Figura 5.12 - Curvas DMA da resina epóxi e do compósito sisal/epóxi: a) do módulo dinâmico (E'), b) módulo da perda (E'') e c) amortecimento (tan δ)

Já o módulo de perda (E'') é a medida da energia dissipada pelo material em forma de calor por ciclo (carga oscilatória) em relação à deformação, correspondendo à resposta viscosa do material (CASSU e FELISBERTI, 2005).

Analisando a Figura 5.12b e a Tabela 5.16, constata-se que a adição das fibras causa um aumento na temperatura de pico do módulo de perda, uma vez que altos módulos se devem ao aumento da fricção interna e, consequentemente, da dissipação da energia (Hameed et al., 2007), diferentemente do encontrado pelos pesquisadores Sreekumar et al. (2009) em que a incorporação das fibras curtas de sisal, em forma de manta, causou pequena diminuição na altura do pico de E'' comparado com a matriz pura de poliéster.

Tabela 5.16 – Dados extraídos do amortecimento (tan δ) e das curvas logarítmicas do módulo de perda (E'') e do módulo dinâmico (E') após ensaio por DMA da resina epóxi e do compósito sisal/epóxi

Características / Material	T_g por E' (ºC) ± DP	Valor máximo de E' (GPa) ± DP	Valor máximo de E'' (MPa) ± DP	Valor máximo do pico de tan δ ± DP
Resina epóxi	44,8 ± 0,46	1,7 ± 0,17	217 ± 31	1,266 ± 0,047
Compósito sisal/epóxi	45,2 ± 0,25	1,7 ± 0,00	257 ± 11	0,432 ± 0,018

T_g – Temperatura de transição vítrea

Conforme citam as autoras Cassu e Felisberti (2005), o valor de tan δ, denominado de fator de perda, expressa a capacidade do material na conversão da energia mecânica. Sólidos que possuem apenas o componente elástico, como os metais e o quartzo, apresentam tan δ igual a zero.

Em compósitos, o fator de perda é influenciado pela incorporação das fibras. Um único pico de relaxação é observado para ambos os materiais (Figura 5.12c). Porém, o compósito apresenta menor amortecimento na região de transição, porque as fibras suportam elevado grau de tensão e permite que apenas uma pequena parte do esforço solicite a interface. Portanto, a dissipação de energia irá ocorrer na interface da matriz polimérica, sendo que uma dissipação de menor energia caracteriza uma forte interface (MOHANTY e NAYAK, 2006).

Observando-se a Tabela 5.16, constata-se que o valor máximo de tan δ para o compósito de 0,432 é menor do que o valor de 1,266 para a resina epóxi, diminuição associada à restrição do movimento das moléculas de polímero, pela incorporação de fibras rígidas. A diminuição na altura do pico de tan δ pode também indicar boa adesão interfacial (Hameed et al., 2007).

Comportamento similar foi também observado e apresentado pelos pesquisadores Silva et al. (2010) em que a incorporação das fibras de sisal em forma de tecido *plain-weave* (0,51) causou diminuição na altura do pico de E'' comparado com a matriz pura de poliuretano (0,65).

4.5 PERMEABILIDADE DO TECIDO DE SISAL

O ensaio de permeabilidade foi realizado com duas camadas de tecido em um molde retangular, com as mesmas dimensões da cavidade de 500 mm de comprimento por 300 mm de largura por 3 mm de espessura que o utilizado para o processamento dos compósitos. Portanto a fração volumétrica do tecido (v_f), em porcentagem, considerada neste estudo foi a mesma dos laminados de compósitos processado por RTM.

Como o valor da permeabilidade varia conforme o volume de fibras (LUO et al., 2001; CHEN et al., 2010), diminuindo normalmente com o aumento do volume dessas, a permeabilidade calculada será para o tecido *plain-weave* de sisal, com uma fração volumétrica de 39,4% e porosidade de 60,6%.

O fluído utilizado neste estudo foi uma solução de glicerina, cuja viscosidade foi determinada por análise no viscosímetro Brookfield, ou seja, 189,19 ± 0,24 mPa.s a 25^{o}C (177,1 mPa.s a 26^{o}C), valor médio equivalente ao da viscosidade de processo da resina.

A solução de glicerina foi injetada a 26^{o}C com pressão constante, sem vácuo, por uma extremidade do molde até sair pela outra, percorrendo todo o comprimento do tecido seco de sisal. Durante o ensaio, uma câmera realizava a gravação da linha de fluxo e os dados eram extraídos por meio dos programas *Windows Movie Maker* e *Image J*. Algumas imagens do ensaio foram selecionadas e estão representadas na Figura 5.13.

Considerando o que foi discutido, anteriormente e no item 2.6, o processo de injeção é modelado conforme o comportamento de escoamento do fluído em meio poroso, e a permeabilidade foi calculada de acordo com a lei de Darcy, equação (4). Deste modo, a construção do gráfico da distância ao quadrado (x^2) percorrida pela resina em determinado tempo (t) fornece uma correlação linear, cuja inclinação da curva foi utilizada para determinar a permeabilidade (K) (SCHMIDT et al., 2009).

No experimento, após a aquisição de imagens, foi possível identificar uma pequena incidência de *race-tracking* nas bordas do tecido, porém foi possível avaliar a permeabilidade no eixo x, sentido principal do fluxo.

As medidas da distância ao quadrado *versus* tempo forneceram boa correlação, de acordo com a Figura 5.14. Utilizando o coeficiente angular da reta da Figura 5.14 e com a equação (4), chegou-se ao valor de $K = 7{,}48 \times 10^{-11}$ m^2, valor alto quando comparado com o de fibras de carbono, que apresentam valores de permeabilidade em grandezas de 10^{-12} m^2. O alto valor da permeabilidade é devido ao arranjo geométrico das fibras, que possui elevada porosidade em função da maior separação das fibras entre as tramas, além da baixa fração volumétrica de fibras.

Figura 5.13 – Imagens extraídas do ensaio de permeabilidade com solução de glicerina à temperatura de 26^{o}C: a) 93,14 s, b) 153,57 s, c) 183,74 s, d) 321,57 s, e) 393,69 s, f) 675,6 s , g) 895,01 e h) 1.153,78 s

A alta permeabilidade encontrada neste estudo reflete em menor tempo de processamento para pressões elevadas, fazendo com que nem todas as fibras sejam molhadas pela resina, portanto a escolha da pressão de injeção é de suma importância.

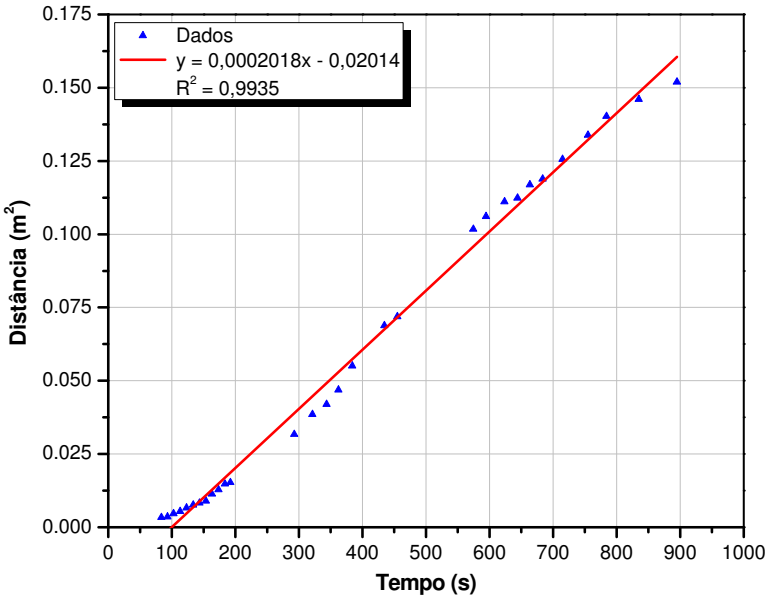


Figura 5.14 – Gráfico distância ao quadrado *versus* tempo, dados extraídos de 30 imagens

Como comparação, pode-se citar o exemplo de permeabilidade obtida experimentalmente por Rodríguez et al. (2007) que obteve o valor de $K = 4{,}25\text{x}10^{-9}$ m^2 para uma fração volumétrica de 30% com tecido bidirecional de juta não-tratado. Schmidt et al. (2009) obteve o valor de $K = 3{,}82\text{x}10^{-9}$ m^2 para uma fração volumétrica de 20% em manta aleatória de sisal, com fibras curtas de 4 cm de comprimento não-tratadas. Li e Mai (2007) apresentam a permeabilidade de $K = 6{,}38\text{x}10^{-10}$ m^2 para o tecido de sisal sem tratamento químico e com fração volumétrica de 32% quando permeado pela resina viniléster.

Como o valor da permeabilidade depende diretamente do volume de fibras, o valor encontrado de $K = 7{,}48\text{x}10^{-11}$ m^2 é o esperado para uma fração volumétrica de 39,5%. Sendo que, a permeabilidade calculada para uma fração volumétrica de 32,2%, apresentada no Apêndice A, é de $K = 9{,}15\text{x}10^{-9}$ m^2.

4.6 SIMULAÇÃO DA PERMEABILIDADE – PROGRAMA myRTM

A simulação da permeabilidade do tecido de sisal foi realizada com as mesmas propriedades e condições de contorno obtidas no ensaio experimental, sendo os resultados comparados com o fornecido pelo programa *myRTM*.

As condições de contorno, as propriedades pertinentes ao tecido de sisal (2 camadas) e ao fluido (resina epóxi) consideradas para a simulação foram:

a) Permeabilidade do tecido de sisal, para $v_f = 39{,}4\% \rightarrow K = 7{,}48\text{x}10^{-11}$ m^2;
b) Porosidade do tecido de sisal $\rightarrow \phi = 0{,}606$;
c) Pressão constante de injeção $\rightarrow P_{inj} = 144790$ Pa;
d) Diâmetro do bico de injeção de 3 mm, distribuídos ao longo de toda a extensão de 300 mm de uma das extremidades do molde, a fim de representar a canaleta existente no molde;
e) Espessura da cavidade igual a 4,36 mm.
f) Viscosidade do fluxo $\rightarrow \mu = 0{,}1771$ Pa.s;
g) Vácuo igual a zero.

Após a importação da geometria do ferramental e da introdução dos parâmetros no programa *myRTM*, realizou-se a simulação, que apresentou como tempo total de injeção de 2342 segundos, utilizando 4747 elementos no modelo.

Para efeito de comparação, no processo experimental da permeabilidade, o tempo total para percorrer a distância do molde de 500 mm, a solução de glicerina precisou de 1137 s para permear as duas camadas do tecido, enquanto que, na simulação, para percorrer a mesma distância, o tempo foi de 2342 s, mostrando que na simulação o tempo de injeção foi o dobro do que no experimento real.

A Figura 5.15 exibe imagens extraídas do programa *myRTM*, que mostram os estágios da injeção em função do tempo.

Comparando a imagem da Figura 5.13b com a da Figura 5.15b, as quais apresentam as frentes de fluxo de resina no experimento real e na simulação, respectivamente, pode ser observada, em ambas, uma pequena incidência de *race tracking*, demonstrando similaridade entre o modelo e o experimento. A mesma similaridade é encontrada entre as Figuras 5.13h e 5.15f que ilustram o comportamento do fluido segundos antes da finalização da injeção. Portanto, para a simulação, o modelo da malha escolhido pode ser utilizado neste estudo.

Porém, para que o modelamento possa reproduzir fielmente as condições reais do comportamento do fluido, os parâmetros de contorno introduzidos no modelo devem ser otimizados, de modo que ocorra a coincidência com o tempo real do processo.

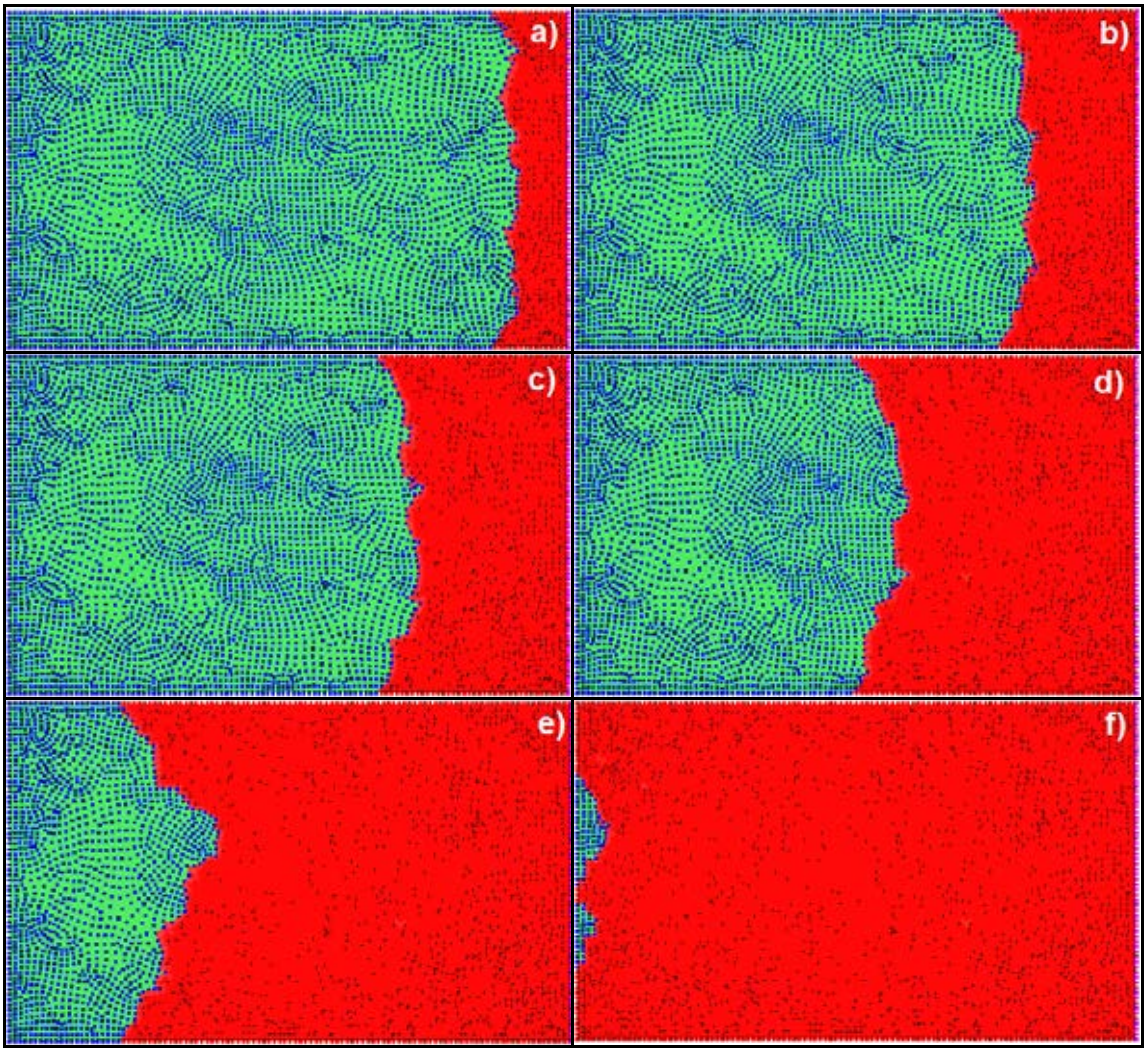


Figura 5.15 – Imagens extraídas da simulação da permeabilidade com o programa *myRTM*:
a) 71,52 s, b) 195,70 s, c) 327,24 s, d) 614,91 s, e) 1.264,84 s e f) 2.068,77 s

4.7 ANÁLISE ACÚSTICA POR ULTRASSOM (C-Scan) DO COMPÓSITO

Apesar da resina epóxi ter a cor levemente amarelada, porém transparente, facilitando a visualização macroscópica da superfície do compósito sisal/epóxi foram realizadas análises por ultrassom em dois laminados para verificar a distribuição das fibras e possíveis defeitos causados pela impregnação da resina.

A Figura 5.16 exibe as imagens geradas para a placa I do compósito, dividida em dois *gates*. O *gate* 1 (Figura 5.16a) representa a superfície do laminado, enquanto que, o *gate* 2 (Figura 5.16b) representa a camada localizada entre o topo e a base da placa.

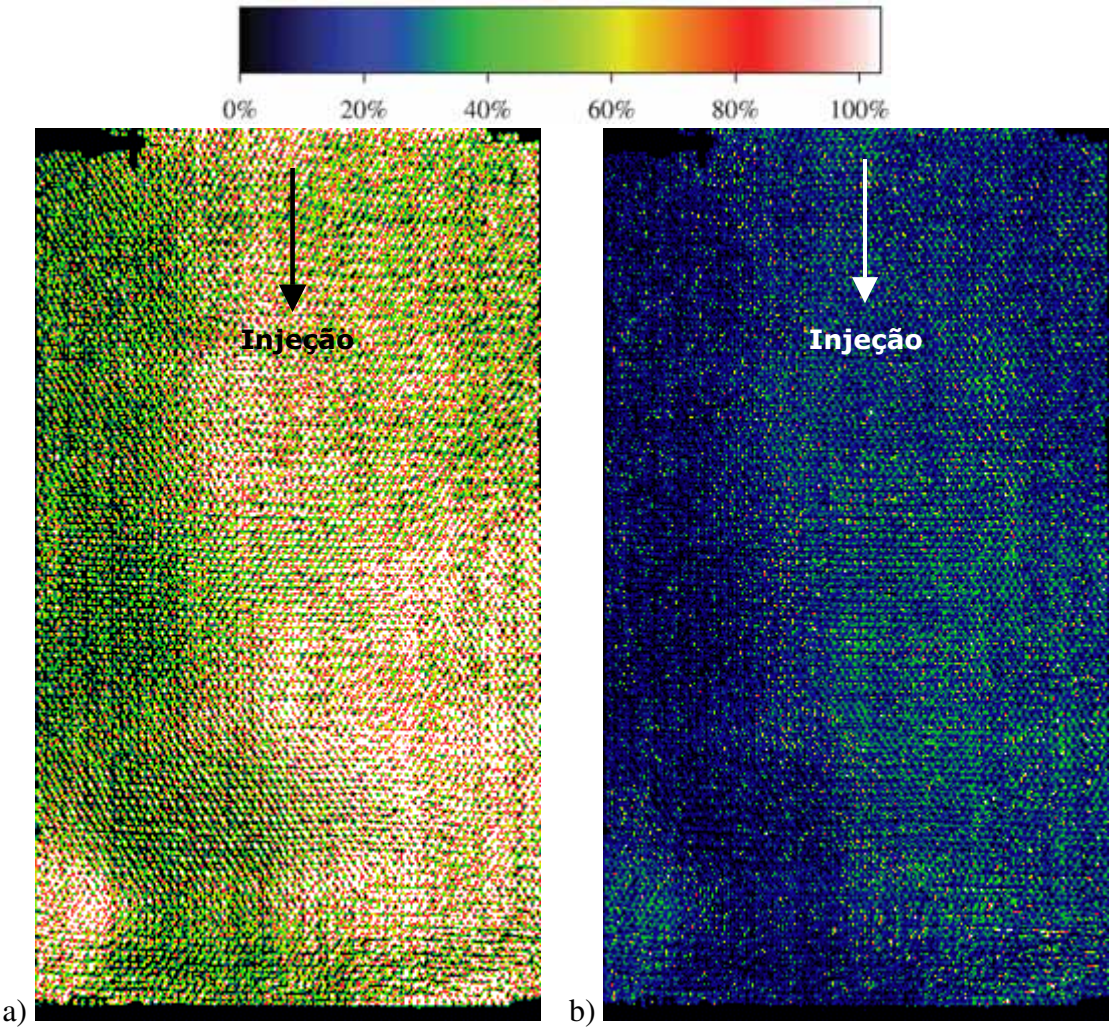
Como o *gate* 2 engloba toda a espessura do compósito, todas as discussões apresentadas são baseadas nas imagens geradas pelo *gate* 2. As análises dos mapas C-Scan foram baseadas na escala de cor do sinal de atenuação (Figura 4.8), a qual indica que o valor de 0% representa

alta atenuação ou região com baixa densidade e o valor de 100%, todo o sinal emitido (eco) é devolvido, significando que a região não possui vazios ou alta densidade.

Observando a Figura 5.16b, verifica-se um início uniforme da impregnação próximo ao bico injetor, seguido logo por desvio do fluxo para o lado esquerdo da placa (com atenuação nas cores azul e preta), região de maior permeabilidade, provavelmente pela menor concentração (quantidade) de fibras, uma vez que, o tecido *plain-weave* com fibras de sisal não é homogêneo.

O lado direito apresentou maior quantidade da cor verde associada a uma menor atenuação, devido à maior massa específica da fibra de sisal (ρ = 1,33 g/cm^3) quando comparada com a resina epóxi (ρ = 1,15 g/cm^3).

Como todos os corpos de prova ensaiados em tração e em flexão do compósito foram extraídos da placa I (APÊNDICE B), será possível analisar qual seria a atenuação ideal por meio desses ensaios complementares, pelo desempenho das amostras nos ensaios mecânicos.



a) b)

Figura 5.16 – C-Scan da Placa I do compósito sisal/epóxi: a) *gate* 1, b) *gate* 2

A Figura 5.17 exibe as imagens geradas para a placa II do compósito, dividida em dois *gates*. O *gate* 1 (Figura 5.17a) representa a superfície do laminado, enquanto que, o *gate* 2 (Figura 5.17b) representa a camada localizada entre as superfícies da placa II.

Na Figura 5.17b observa-se menor atenuação ou maior concentração de resina bem no início da injeção. À medida que o fluxo avança, ocorre a homogeneização na impregnação da preforma, ou seja, uma melhor distribuição de resina. Apenas em um dos lados no final da placa, representado pela elipse vermelha, observa-se uma diminuição da atenuação. Essa observação pode ser explicada como menor quantidade de fibra, facilitando a passagem de resina nessa região.

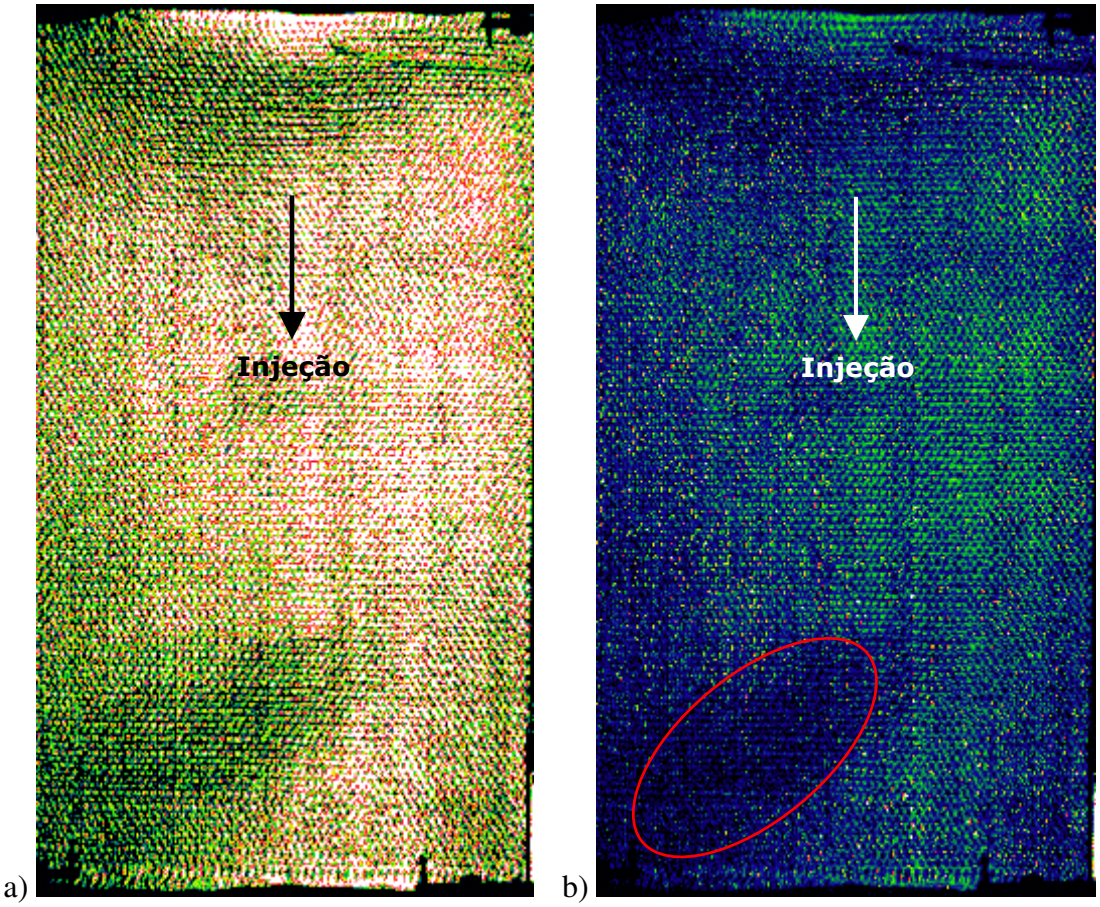


Figura 5.17 – C-Scan da Placa II do compósito sisal/epóxi: a) *gate* 1, b) *gate* 2

4.8 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

4.8.1 Resina Epóxi

A Tabela 5.17 exibe os valores do limite de resistência à tração, seu alongamento na carga máxima e o módulo elástico das cinco amostras ensaiadas; enquanto que, as curvas Tensão *versus* Deformação são apresentadas na Figura 5.18.

Tabela 5.17 – Valores do ensaio de resistência à tração da resina epóxi

Amostra	Tensão máxima (MPa)	Alongamento na carga máxima (%)	Módulo elástico (MPa)
TR 1	40,4	2,39	2083,4
TR 2	46,0	2,76	2128,5
TR 3	42,5	2,48	2192,6
TR 4	35,4	2,00	2162,4
TR 5	34,6	1,99	2097,2
Média	**39,8**	2,33	2132,8
Desvio-padrão	4,8	0,33	45,2
Coeficiente de Variação (%)	12,1	14,2	2,12

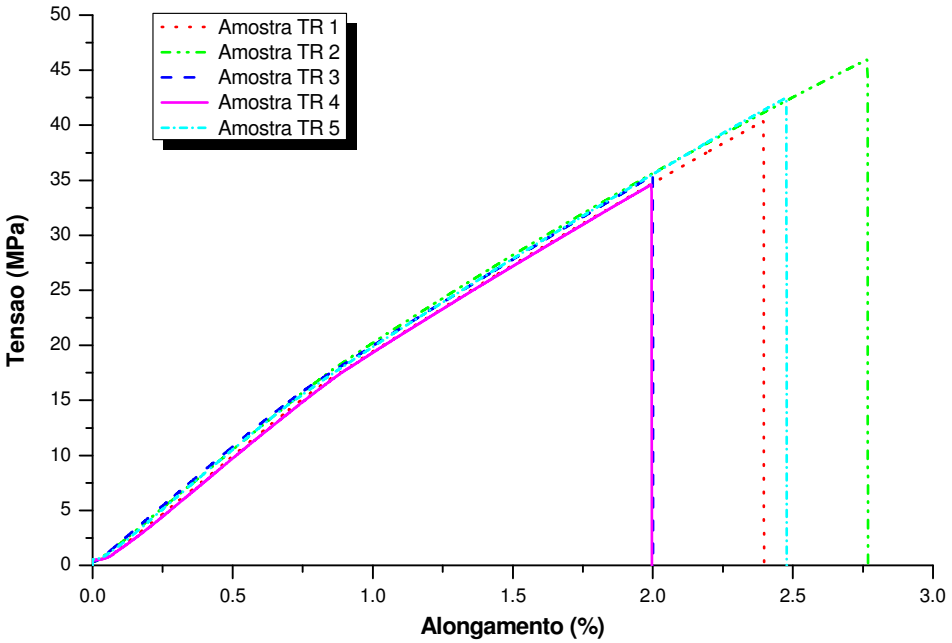


Figura 5.18 – Gráfico Tensão *versus* Alongamento do ensaio de resistência à tração na resina epóxi

O valor médio do limite de resistência à tração da resina epóxi é de 39,8 MPa, enquanto que o alongamento médio na carga máxima é de 2,33% e o módulo elástico em tração é de 2,13 GPa. Comparando com os valores apresentados no ASM Handbook (2001) para a resina

epóxi formulada com 62% de diglicidil éter bisfenol-A e 38% de ancamine 2143, que possui resistência a tração de 51 MPa, alongamento de 2,8% e módulo elástico em tração de 2,98 GPa, a resina epóxi utilizada possui menor resistência, alongamento e módulo elástico em tração.

Os valores dos limites de resistência à tração variam entre 34,6 MPa a 42,5 MPa, apresentando 12,1% de variação, enquanto que o alongamento na ruptura variou de 1,99% a 2,76%, apresentando um coeficiente de variação de 14,2%.

Analisando a Figura 5.18, observa-se que nenhuma amostra apresentou escoamento antes da ruptura, ou seja, a resina se comporta como um material frágil que se rompe sem deformação.

4.8.2 Compósito sisal/epóxi

A Tabela 5.18 exibe os valores do limite de resistência à tração, módulo elástico e seus alongamentos na carga máxima e na ruptura das amostras de resina epóxi/fibras de sisal no teor de umidade igual a 9,2%.

Tabela 5.18 – Valores do ensaio de resistência à tração do compósito sisal/epóxi

Amostra	Tensão máxima (MPa)	Alongamento na tensão máxima (%)	Tensão de ruptura (MPa)	Alongamento na ruptura (%)	Módulo elástico (MPa)
TC 1	37,0	2,19	33,2	2,22	2293,0
TC 2	34,1	2,25	33,3	2,42	2049,0
TC 3	36,6	2,43	33,3	2,50	2185,9
TC 4	37,4	2,57	36,0	2,58	2120,2
TC 5	35,9	2,36	34,2	2,54	2159,4
TC 6	36,5	2,24	33,3	2,26	2205,6
TC 7	34,9	2,19	32,6	2,33	2314,9
Média	36,1	2,32	33,7	2,41	2189,7
Desvio-padrão	1,18	0,14	1,09	0,14	93,2
Coeficiente de Variação (%)	3,28	6,16	3,24	5,89	4,26

O valor médio do limite de resistência à tração do compósito sisal/epóxi é de 36,1 MPa, enquanto que os valores médios dos alongamentos na carga máxima e na ruptura são de 2,32% e 2,41%, respectivamente.

Os valores dos limites de resistência à tração variam entre 34,1 MPa a 37,4 MPa, com uma variação de 3,28%, enquanto que os alongamentos na carga máxima e na ruptura variam de 2,19% a 2,57% e entre 2,22% a 2,58%, respectivamente.

Observa-se na Figura 5.19, que em sua maioria, as amostras do compósito apresentam o valor do limite de resistência seguido de uma redução do mesmo, depois foi observada uma pequena recuperação até atingir a tensão de ruptura. Essa redução está associada à ruptura da matriz e de algumas fibras, sem rompimento total das fibras, sendo que essas sofrem ainda uma pequena deformação antes da ruptura final.

Para comparar se os valores de resistência à tração e módulo encontrados para a resina epóxi (39,8 ± 4,8 MPa - Tabela 5.17) podem ser considerados o mesmo daquele obtido para o compósito (36,1 ± 1,18 MPa – Tabela 5.18) foi realizada a análise estatística, que se baseia na comparação das duas médias. Esta análise leva em consideração a variância (desvio-padrão ao quadrado), o valor médio e a quantidade de amostras analisadas para cada material.

Para testar se a hipótese H_0 ($\bar{x}_1 = \bar{x}_2$) é verdadeira, foram considerados dois casos (itens 3.13.1 e 3.13.2) para o cálculo de *t* de *Student*, a fim de compará-los com o valor tabelado (Anexo B), sendo todo o cálculo apresentado detalhadamente no APÊNDICE C.

Para a resistência à tração:

1º caso: Segundo a equação (13), o valor calculado de $t_{n_1+n_2-2} = t_{10} = 1{,}993$ e o valor tabelado é $t_{10;0,005} = 3{,}169$, como o valor calculado de *t* não é maior que o valor tabelado, logo aceita-se H_0 e admite-se, para 1% de significância, estatisticamente que as médias da resistência à tração são iguais.

2º caso: De acordo com a equação (15), calculou-se o valor crítico (ν = 4,52 ≈ 5) e segundo a equação (17), o valor calculado de $t_\nu = 1{,}688$. O valor tabelado é $t_{5;0,005} = 4{,}032$, portanto, como o valor calculado de *t* não é maior que o valor tabelado, logo aceita-se H_0 e admite-se, para 1% de significância, estatisticamente que as médias são iguais.

Para o módulo em tração:

1º caso: Segundo a equação (13), o valor calculado de $t_{n_1+n_2-2} = t_{10} = -1{,}252$ e o valor tabelado é $t_{10;0,005} = 3{,}169$, como o valor calculado de |*t*| não é maior que o valor tabelado, logo aceita-se H_0 e admite-se, para 1% de significância, estatisticamente que as médias do módulo em tração são iguais.

2º caso: De acordo com a equação (15), calculou-se o valor crítico (ν = 12,35 ≈ 12) e segundo a equação (17), o valor calculado de $t_\nu = -1{,}400$. O valor tabelado é $t_{12;0,005} = 3{,}055$, portanto, como o valor calculado de |*t*| não é maior que o valor tabelado, logo aceita-se H_0 e admite-se, para 1% de significância, estatisticamente que as médias dos módulos em tração são iguais.

A partir da análise estatística foi possível admitir que, o compósito apresentou o mesmo valor de resistência à tração e mesmo módulo do que a resina pura. Ou seja, não houve alteração da resistência a tração com a incorporação da fibra de sisal, porém houve uma diminuição na quantidade de material sintético utilizado, o que pode ser considerado como uma boa contribuição ambiental.

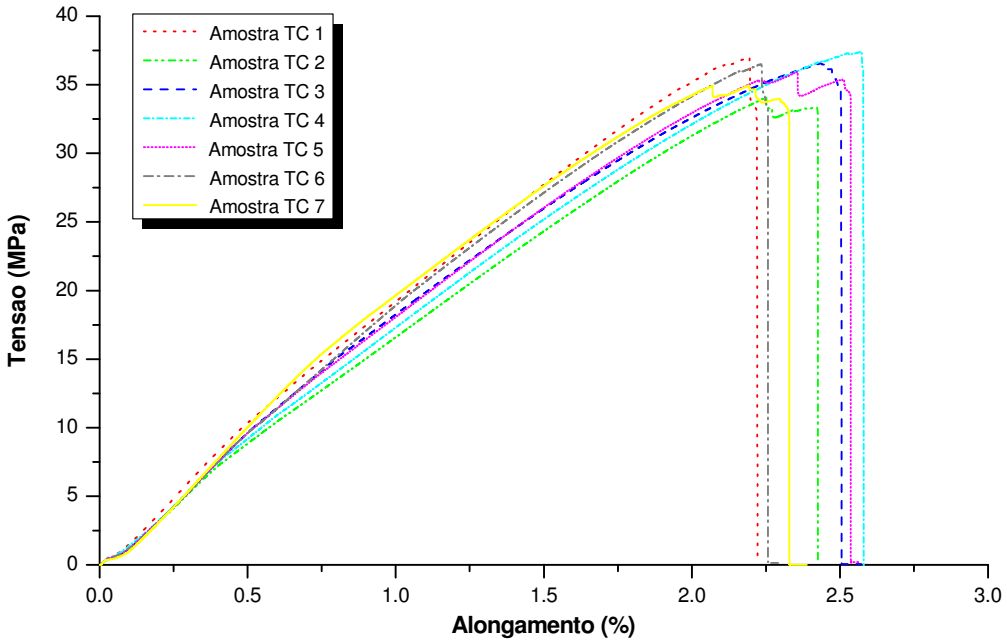


Figura 5.19 – Gráfico Tensão *versus* Alongamento do ensaio de resistência à tração no compósito sisal/epóxi

As diferenças encontradas com a adição da fibra de sisal na matriz polimérica de epóxi foi um ganho de 3,4% no alongamento antes da ruptura, de 2,33% para 2,41%, além da redução no valor do desvio-padrão da resistência à tração, fatores favoráveis para a aplicação do compósito sisal/epóxi como reforço em estruturas de madeira.

Analisando pesquisas que empregam a fibra de sisal como reforço da matriz epóxi, Patra e Bisoyi (2011) as quais utilizam epóxi/sisal curto aleatório não tratado e tratado com etanol e benzeno, moldados por compressão, pode ser observado os limites de resistência de 25 MPa e 33 MPa, respectivamente. Song, Mun e Kim (2011), que estudaram compósitos via RTM e formados com epóxi/tecido *plain-weave* de sisal não tratado, tratado com permanganato e tratado com silano, encontraram as resistências de 46 MPa, 52 MPa e 31 MPa, respectivamente.

Os pesquisadores Boopalan, Umapathy e Jenyfer (2012) estudaram compósitos moldados por compressão com epóxi/sisal em forma de manta não tratada e com tratamento alcalino (20% NaOH) cujas resistências à tração são 46 MPa e 76,4 MPa, respectivamente.

Kim e Seo (2006), que estudaram compósitos via RTM de epóxi/tecido *plain-weave* de sisal tratado com silano, encontraram a resistência por volta de 44 MPa.

Portanto, o compósito produzido neste trabalho apresentou um valor da resistência em tração próximo aos valores de compósitos que empregam a fibra de sisal com matriz epóxi, estudados por outros pesquisadores.

Comparando o valor da resistência em tração do compósito sisal/epóxi (36 MPa) processado via RTM, com os compósitos sisal/poliuretana à base de óleo de mamona (17 MPa) e sisal/fenólica (25 MPa), confeccionados por compressão manual em estudos anteriores (MILANESE, 2008), houve um aumento de no mínimo 44% da resistência mecânica em tração.

4.9 RESISTÊNCIA À FLEXÃO

4.9.1 Resina Epóxi

As propriedades mecânicas de resistência à flexão da resina epóxi são apresentadas na Tabela 5.19.

O valor médio da resistência à flexão da resina epóxi é de 89 Mpa; enquanto que, o valor médio das deformações na tensão máxima e na ruptura foi de 4,2 % e 5,5%, respectivamente. O módulo elástico em flexão da resina epóxi é de 2,8 GPa, valor bem superior ao encontrado pelo DMA de 1,7 GPa, porém deve ser observado que esse último é resultado da aplicação de uma tensão oscilante com influência da temperatura.

Tabela 5.19 – Valores do ensaio de resistência à flexão da resina epóxi

Amostra	Tensão máxima (MPa)	Deformação na tensão máxima (%)	Tensão de ruptura (MPa)	Deformação na ruptura (%)	Módulo elástico (MPa)
FR 1	86,5	3,94	80,4	4,93	3159,5
FR 2	88,8	4,31	82,1	5,47	2590,5
FR 3	88,1	4,33	81,7	5,41	2680,6
FR 4	90,8	4,21	82,6	5,50	2931,3
FR 5	90,6	4,35	70,3	6,48	2871,8
Média	**89,0**	**4,23**	**79,4**	**5,56**	2846,7
Desvio-padrão	1,77	0,17	5,15	0,57	223,0
Coeficiente de Variação (%)	1,99	4,06	6,49	10,2	7,83

Comparando com os valores apresentados no artigo de Czub (2006) para a resina epóxi Ruetapox 0162, formulada com diglicidil éter bisfenol-A, que possui resistência à tração de

55,7 MPa, resistência à flexão de 81,5 MPa e módulo elástico em flexão de 2,21 GPa, a resina epóxi utilizada possui maior resistência e módulo elástico em flexão.

Todos os corpos de prova da resina epóxi apresentaram ruptura após sofrerem deformação plástica ao atingirem a tensão de ruptura, conforme ilustra a Figura 5.20.

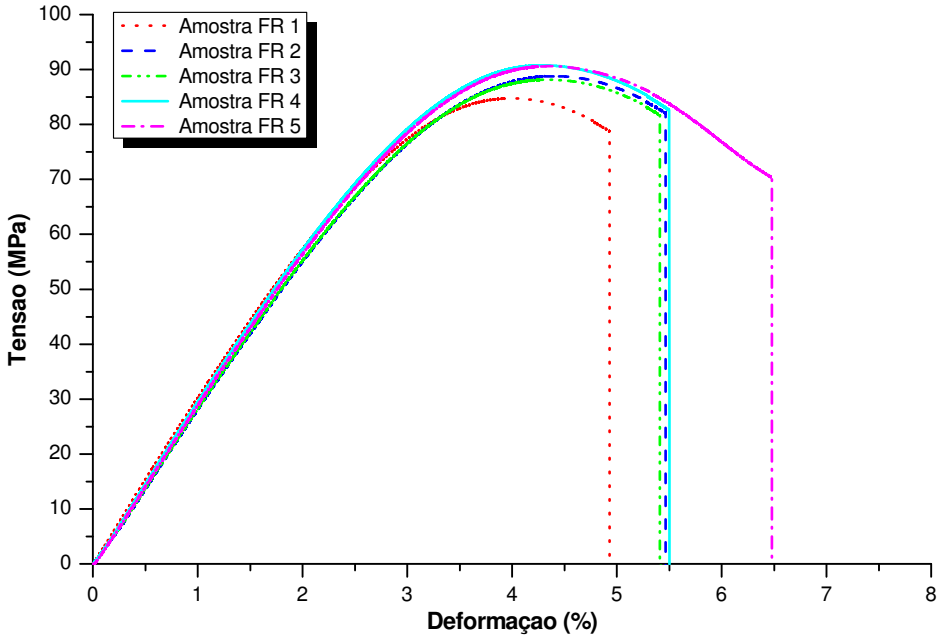


Figura 5.20 – Gráfico Tensão *versus* Deformação do ensaio de resistência à flexão da resina epóxi

Foi observado durante os ensaios de flexão que, a ruptura das amostras se iniciava com o desenvolvimento de trincas na parte tracionada (parte de baixo da amostra) e se propagava através da espessura da amostra, apresentando ruptura total.

4.9.2 Compósito sisal/epóxi

As propriedades mecânicas de resistência à flexão do compósito com as fibras de sisal (h = 9,2%) são apresentadas na Tabela 5.20.

O valor médio da resistência à flexão do compósito sisal/epóxi é de 74,5 MPa, enquanto que, sua deformação na tensão máxima foi de 3,53%. O módulo elástico em flexão do compósito sisal/epóxi é de 3,9 GPa.

Tabela 5.20 – Valores dos ensaios de resistência à flexão do compósito sisal/epóxi

Amostra	Tensão máxima (MPa)	Deformação na tensão máxima (%)	Módulo elástico (MPa)
FC 1	83,2	3,89	3903,4
FC 2	81,1	4,43	3840,3
FC 3	75,5	4,16	4092,8
FC 4	66,4	2,99	3895,8
FC 5	65,4	1,92	3813,8
FC 6	77,0	3,95	3787,5
FC 7	72,8	3,36	3719,8
Média	74,5	3,53	3864,8
Desvio-padrão	6,80	0,86	118,8
Coeficiente de Variação (%)	9,13	24,4	3,07

Os valores da resistência à flexão variam entre 65,4 MPa a 83,2 MPa, apresentando um coeficiente de variação de 9,13%.

Foi observado durante os ensaios de flexão que, os corpos de prova do compósito sisal/epóxi não apresentaram ruptura após deformação de 5%, conforme demonstram as Figuras 5.21 e 5.22.

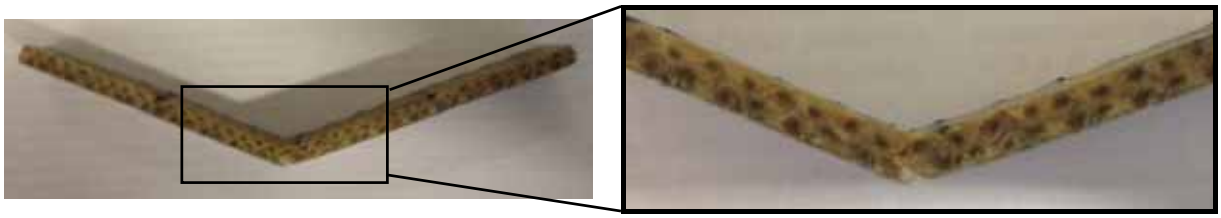


Figura 5.21 – Imagem lateral da amostra FC 3 do compósito sisal/epóxi após submetida a 6% de deformação

A partir da Figura 5.21, constata-se que a ruptura da amostra se inicia com o desenvolvimento de trincas na parte tracionada (parte de baixo da amostra) e se propaga através da espessura da mesma, porém nenhuma das amostras apresentou ruptura total na carga máxima.

A análise estatística foi também utilizada para comparar se o valor de resistência e o módulo em flexão encontrado para a resina epóxi (89,0 ± 1,77 MPa - Tabela 5.19) pode ser considerado o mesmo do valor obtido para o compósito (74,5 ± 6,80 MPa – Tabela 5.20).

Para testar se a hipótese H_0 ($\bar{x}_1 = \bar{x}_2$) é verdadeira, foram considerados dois casos (itens 3.13.1 e 3.13.2) para o cálculo de *t* de *Student*, a fim de compará-los com o valor tabelado (Anexo B), sendo todo o cálculo apresentado detalhadamente no APÊNDICE C.

Para a resistência à flexão:

1º caso: Segundo a equação (13), o valor calculado de $t_{n_1+n_2-2} = t_{10} = 1{,}458$ e o valor

tabelado é $t_{10;0,005} = 3{,}169$, como o valor calculado de *t* não é maior que o valor tabelado, logo se aceita H_0 e admite-se, para 1% de significância, que as médias são iguais.

2º caso: De acordo com a equação (15), calculou-se o valor crítico (v = 9,42 ≈ 9) e segundo a equação (17), o valor calculado de $t_v = 5{,}392$. Sendo o valor tabelado de $t_{9;0,005} = 3{,}250$, e como o valor calculado de t_v é maior que o valor tabelado, logo se rejeita H_0 e admite-se H_1, para 1% de significância, que as médias são diferentes.

Portanto, como os dois casos não apresentaram o mesmo resultado foi levado em consideração o 2º caso. Sendo assim, a partir da análise estatística, foi possível admitir que, o compósito não apresentou o mesmo valor de resistência à flexão do que a resina pura. Ou seja, houve alteração da resistência à flexão com a incorporação da fibra de sisal.

Para o módulo em flexão:

1º caso: Segundo a equação (13), o valor calculado de $t_{n_1+n_2-2} = t_{10} = -10{,}325$ e o valor tabelado é $t_{10;0,005} = 3{,}169$, como o valor calculado de |*t*| não é maior que o valor tabelado, logo rejeita-se H_0 e admite-se H_1, para 1% de significância, que estatisticamente as médias dos módulos não podem ser consideradas são iguais.

2º caso: De acordo com a equação (15), calculou-se o valor crítico (v = 8,42 ≈ 8) e segundo a equação (17), o valor calculado de $t_v = -9{,}309$. Sendo o valor tabelado de $t_{8;0,005} = 3{,}355$, e como o valor calculado de $|t_v|$ é maior que o valor tabelado, logo se rejeita H_0 e admite-se H_1, para 1% de significância, que as médias, estatisticamente, são diferentes.

Comparando o valor da resistência à flexão encontrado para a resina epóxi, Tabela 5.21, verifica-se uma diminuição de 14,5 MPa na resistência à flexão com a adição de duas camadas de tecido de sisal, porém houve um aumento de 39% no módulo elástico em flexão, além do aumento na deformação, ambos fatores favoráveis para a aplicação do compósito sisal/epóxi como reforço em estruturas de madeira.

Analisando pesquisas que empregam a fibra de sisal como reforço da matriz epóxi, Patra e Bisoyi (2011) que utilizam epóxi/sisal curto aleatório não tratado e tratado com etanol e benzeno, moldados por compressão, encontraram limites de resistência à flexão de 55 MPa e 60 MPa, respectivamente. Deste modo, o aumento obtido com os ensaios de flexão neste trabalho, pode ser associado à moldagem por RTM, processo que fornece compósitos com menores níveis de defeitos.

No artigo de Pothan et al. (2008), que estudaram compósitos via RTM e formados com poliéster/tecido *plain-weave* de sisal não tratado, variando a viscosidade da resina de

490 mPa.s, 420 mPa.s e 140 mPa.s, as resistências à flexão encontradas foram de 48 MPa, 49 MPa e 50 MPa, respectivamente. Importante ressaltar que para ambas as resinas poliéster de 420 mPa.s e 140 mPa.s, a introdução do reforço de sisal em forma de tecido *plain-weave* diminuiu a resistência à flexão, mas aumentou o módulo.

Os pesquisadores Mohanty e Nayak (2006) estudaram compósitos moldados por compressão a quente com polietileno de alta densidade e 30% de fibras curtas aleatórias de sisal não tratadas e tratadas por 7 min com MAPE (PE enxertado com anidrido maleico), cujas resistências à flexão são 36,3MPa e 59,2 MPa, respectivamente, enquanto seus módulos são 1,73 GPa e 2,86 GPa, respectivamente.

Portanto, o compósito produzido apresentou valor da resistência em flexão superior aos valores de compósitos que empregam a fibra de sisal com matriz polimérica, estudados por outros pesquisadores.

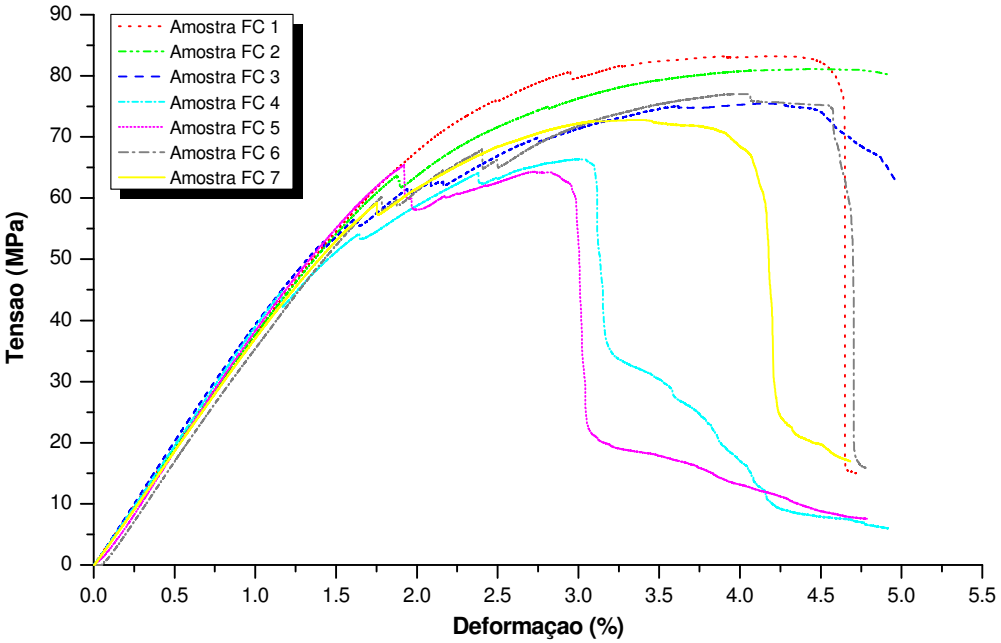


Figura 5.22 – Gráfico Tensão *versus* Deformação do ensaio de resistência à flexão no compósito sisal/epóxi

Comparando o valor da resistência em flexão do compósito sisal/epóxi (74,5 MPa) processado via RTM, com os compósitos sisal/poliuretana à base de óleo de mamona (3,7 MPa) e sisal/fenólica (11 MPa), confeccionados por compressão manual em estudos anteriores (MILANESE, 2008), houve um aumento de, no mínimo, 6 vezes (577%) da resistência mecânica em flexão.

5 CONCLUSÕES

A aplicação do compósito com fibras de sisal/resina epóxi como reforço em estruturas de madeira se mostra viável, uma vez que apresentou resistências consideráveis ao seu uso. Porém, esse compósito pode ser aplicado em vigas e pilares de madeira que não estejam sujeitos a temperaturas locais superiores a 50^{o}C, tais como as estacas, os pilares de sustentação e as vigas (barrotes) que suportam o piso de madeira.

O compósito apresentou propriedades e vantagens superiores ao da matriz epóxi, quando utilizado como material de reforço em estruturas, pois com a incorporação das fibras de sisal na matriz, o modo de fratura deixou de ser frágil, passando a ser dúctil, com deformação plástica. A adição das fibras não alterou a resistência à tração, nem o módulo elástico e, apesar de diminuir a resistência à flexão, aumentou consideravelmente sua rigidez, além de aumentar sua deformação em flexão, não apresentando ruptura após a carga máxima.

Outra vantagem com a utilização da fibra é a diminuição da quantidade de material sintético (resina) utilizado, contribuindo ao meio ambiente. Como o Brasil é o maior produtor das fibras de sisal e os estados produtores pertencem à região semiárida, a utilização dessas fibras irá colaborar com a economia local e cooperar com a geração de novos empregos.

Como conclusões específicas, foram observadas:

1. A massa específica da fibra de sisal, da resina epóxi curada e do compósito sisal/epóxi é de 1,33 g/cm^3, 1,15 g/cm^3 e 1,22 g/cm^3, respectivamente;
2. O estudo térmico por DSC mostrou que quatro horas à 60^{o}C não foram suficientes para a cura total da resina epóxi, necessitando de pós-cura. Recomenda-se que a realização da pós-cura do compósito seja realizada dentro do ferramental (molde) utilizado, a fim de evitar o empenamento da placa;
3. A fibra de sisal pode ser utilizada em processos de fabricação de compósitos em que a temperatura de processamento não exceda 177ºC;
4. A resina epóxi apresentou maior estabilidade térmica, seguida pelo compósito sisal/epóxi (T_{onset} = 182 ºC) e pela fibra de sisal, respectivamente;
5. As temperaturas de transição vítrea – T_g, determinadas pelo DSC, para a resina epóxi e para o compósito sisal/epóxi são 50,6^{o}C e 49,0^{o}C, respectivamente;
6. As T_g determinadas pelo DMA, da resina epóxi e do compósito sisal/epóxi são 44,8^{o}C e 45,2^{o}C, respectivamente;
7. A permeabilidade para duas camadas de tecido de sisal, com fração volumétrica de v_f = 39,4% e porosidade ϕ = 0,606, é de K = 7,48 x 10^{-11} m^2;

8. A análise acústica por ultrassom (não destrutiva) nas placas do compósito mostrou boa distribuição de resina via processo RTM, porém com acúmulos de resina em determinadas regiões, em função dos vazios apresentados pelo próprio tecido que não é homogêneo;
9. A resistência à tração na carga máxima do compósito sisal/epóxi é de 36,1 ± 1,2 MPa com um alongamento correspondente a 2,3% e módulo elástico em tração de 2,19 GPa;
10. A resistência à flexão na carga máxima do compósito sisal/epóxi é de 74,5 ± 6,8 MPa com um alongamento correspondente a 3,5% e módulo elástico em flexão de 3,86 GPa;
11. A resina epóxi apresentou maior rigidez do que o compósito sisal/epóxi, porém o compósito apresentou maior deformação após carga máxima, além de maior módulo em flexão. Ambos os fatores são favoráveis quando se considera a aplicação desse material como reforço de estruturas.
12. Foi observada a superioridade do processo RTM, pois em comparação com trabalhos que obtiveram compósitos sisal/epóxi utilizando outros métodos de processamento, aquele obtido por RTM apresentou melhor desempenho mecânico.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Tendo em vista os resultados aqui obtidos, sugerem-se algumas complementações:

- No que diz respeito ao sistema epóxi utilizado, propõem-se o uso de uma matriz com baixa viscosidade, porém com maior temperatura de transição vítrea, ampliando a utilização do compósito;
- Com relação ao tecido de sisal, recomenda-se a determinação da resistência mecânica à tração da fibra, a fim de avaliar as propriedades intrínsecas com a introdução do reforço na matriz;
- Outra proposta seria estudar a interface entre fibra/matriz do compósito com o uso da microscopia óptica ou eletrônica, ou por *pull-out* no laminado processado;
- Analisar as fraturas ocorridas em tração do compósito com o uso da microscopia eletrônica de varredura – MEV;
- Estudar o comportamento mecânico em compressão do compósito;
- Produzir novos compósitos via RTM com tecidos de sisal em outras gramaturas. Ex: *plain-weave*, porém com menor distância entre as tramas e entre trama/urdume.

REFERÊNCIAS

ALVES, A. L. S. **Processamento de Placas Compósitas pela Técnica de Moldagem por Infusão de Resina de Seemann (SCRIMP)**. 2006. 91p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.

APEX Brasil, Agência de Promoção de Exportadores e Investimentos, 2006. **Sisal vive novo boom**. Disponível em: <http://www.apexbrasil.com.br/noticia_detalhe.aspx?idnot=265>. Acesso em: 31 out. 2006.

ASM HANDBOOK. **Composites: Volume 21**, Ohio: Metals Parks, ASM International, 2001.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7190:** Projeto de estruturas de madeira. Rio de Janeiro, 1997.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 123**: Standard Terminology Relating to Textiles. United States of America, 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 638**: Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. United States of America, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 790**: Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials. United States of America, 2010.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 883**: Standard Terminology Relating to Plastics. United States of America, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 1348**: Standard Test Method for Moisture in Cellulose. United States of America, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 3039**: Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. United States of America, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 3418**: Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry. United States of America, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 3878**: Standard Terminology for Composite Materials. United States of America, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 4065**: Standard Practice for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: Determination and Report of Procedures. United States of America, 2006.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 5418**: Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: In Flexure (Dual Cantilever Beam). United States of America, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 7028**: Standard Test Method for Glass Transition Temperature (DMA Tg) of Polymer Matrix Composites by Dynamic Mechanical Analysis (DMA). United States of America, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 473**: Standard Terminology Relating to Thermal Analysis and Rheology. United States of America, 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 2550**: Standard Test Method for Thermal Stability by Thermogravimetry. United States of America, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 2580**: Standard Practice for Ultrasonic Testing of Flat Panel Composites and Sandwich Core Materials Used in Aerospace Applications. United States of America, 2007.

BOOPALAN, M.; UMAPATHY, M. J.; JENYFER, P. A Comparative Study on the Mechanical Properties of Jute and Sisal Fiber Reinforced Polymer Composites. **Silicon**, v.4, p.145–149, 2012.

CALIL JR, Carlito e CARVALHO, Ricardo F. Resistência a Tração de Tecido de Fibras Sisal: para uso em reforço de estruturas. In: ENCONTRO BRASILEIRO EM MADEIRAS E ESTRUTURAS DE MADEIRA, VIII. 2002. Uberlândia – MG. **Anais**... Uberlândia: Universidade Federal de Minas Gerais, 2002. CD-ROM.

CALLISTER JR., W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5 ed. Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2002. 589 p.

CARVALHO, Ricardo Fernandes. **Compósitos de fibras de sisal para uso em reforço de estruturas de madeira.** 2005. 133f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Instituto de Física e Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005. Disponível em <http://www.teses.usp.br/>. Acesso em: 11 mar. 2006.

CASSAN, S. N.; FELISBERTI, M. I. Comportamento Dinâmico-Mecânico e relaxações em polímeros e blendas poliméricas. **Química Nova**, v.28, n.2, p.255-263, 2005.

CHEN, Zuo-Rong; YE, Lin; LU, Meng. Permeability Predictions for Woven Fabric Preforms. **Journal of Composite Materials**, v.44, n.13, p.1569-1586, 2010.

CIOFFI, Maria Odila Hilário. **Análise do comportamento mecânico do compósito fibra de carbono/resina epoxi exposto a água do mar.** 1996. 189f. Tese (Mestrado em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 1996.

CIOFFI, M. O. H.; VOORWALD, H. J. C.; SHIINO, M. Y; REZENDE, M. C. Composite Processed by RTM: Fatigue Behavior. In: MALACH, David E. (Ed). **Advances in Mechanical Engineering Research**. New York: Nova Science Publishers, 2011. v.3, cap.6, p.209-230.

COSTA NETO, Pedro L. de O. **Estatística**. 2ª. ed. São Paulo: Edgard Blücher. 2002, 266p.

CRUZ, Isabela Pereira. **Ligações em madeira-resinas sintéticas e fibra de vidro na restauração de peças estruturais.** 2004. 189f. Tese (Doutorado em Arquitetura e Urbanismo – Conservação e Restauro) – Faculdade de Arquitetura, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2004.

CZUB, P. Application of Modified Natural Oils as Reactive Diluents for Epoxy Resins. **Macromol. Symp**., v.242, p.60–64, 2006.

EMBRAPA, Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, 2006. **Sisal**. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Disponível em: <http://www.cnpa.embrapa.br/produtos/sisal/index.html>. Acesso em: 31 out. 2006.

FIORELLI, J. **Utilização de fibras de carbono e de fibras de vidro para reforço de vigas de madeira.** 2002. 168f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002. Disponível em <http://www.teses.usp.br/>. Acesso em: 11 mar. 2005.

FRACHE, A.; MONTICELLI, O.; NOCCHETTI, M.; TARTAGLIONE, G.; COSTANTINO, U. Thermal properties of epoxy resin nanocomposites based on hydrotalcites. **Polymer Degradation and Stability**, v.96, p.164-169, 2011.

GAY, Daniel; HOA, S. V.; TSAI, S. W. **Composite Materials: Design and Applications**. United States of America: CRC Press, 2002. 531 p.

GOMES, Emílio. 2005. Apresenta fotografias referentes à produção sisaleira. Disponível em: <http://users.skydome.net/egphotos/sisal.htm>. Acesso em: 10 jul. 2005.

HAMEED, N.; SREEKUMAR, P. A.; FRANCIS, B.; YANG, W.; THOMAS, S. Morphology, dynamic mechanical and thermal studies on poly(styrene-co-acrylonitrile) modified epoxy resin/glass fibre composites. **Composites: Part A**, v.38, p.2422-2432, 2007.

HAN, K. K.; LEE, C. W.; RICE, B. P. Measurements of the permeability of fiber preforms and applications. **Composites Science and Technology**, v.60, p.2435-2441, 2000.

HARPER, CHARLES A. **Handbook of Plastics, Elastomers, & Composites**. 4. ed., USA: McGraw-Hill Companies, 2004. 757p.

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **LSPA - Levantamento sistemático da produção agrícola: pesquisa mensal de previsão e acompanhamento das safras agrícolas no ano civil**. 2012. Ministério do Planejamento, Orçamento e Gestão. Rio de Janeiro, v.25, n.3, p.1-88. Disponível em: <http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/indicadores/agropecuaria/lspa/lspa_201203.pdf>. Acesso em: 27 mar. 2012.

IJSC – International Jute Study Group. **Word Sisal Production Map**. Disponível em: <http://www.jute.org/sisal.htm>. Acesso em: 27 mar. 2012.

IONASHIRO, M.; GIOLITO, I. 2005. **Nomenclatura, padrões e apresentação dos resultados em análise térmica.** 15p. Disponível em: <http://www.abratec.com.br/download/nomenclatura_anal_termica.pdf>. Acesso em: 08 out. 2005.

JACOB, M.; VARUGHESE, K. T.; THOMAS, S. A study on the moisture sorption characteristics in woven sisal fabric reinforced natural rubber biocomposites. **Journal of Applied Polymer Science**, v.102, p.416-423, 2006a.

JACOB, M.; VARUGHESE, K. T.; THOMAS, S. Novel Woven Sisal Fabric Reinforced Natural Rubber Composites: Tensile and Swelling Characteristics. **Journal of Composites Materials**, v.40, n.16, p.1471-1485, 2006b.

JOSEPH, P. V.; JOSEPH, K.; THOMAS, S.; PILLAI, C. K. S.; PRASAD, V. S.; GROENINCKX, G.; SARKISSOVA, M. The thermal and crystallization studies of short sisal fibre reinforced polypropylene composites. **Composites: Part A,** v.34, p.253-266. 2003.

KAS, Y. O.; KAYNAK, C. Ultrasonic (C-scan) and microscopic evaluation of resin transfer molded epoxy composite plates. **Polymer Testing**, v.24, p.114-120, 2005.

KAW, Autar K. **Mechanics of Composite Materials.** United States of America: CRC Press, 1997. 329p.

KIM, H. J.; SEO, D. W. Effect of water absorption fatigue on mechanical properties of sisal textile-reinforced composites. **International Journal of Fatigue**, v.28, p.1307–1314, 2006.

LEE, Stuart. **Ultrasonic C Scan**. The online version of CRC Press "Dictionary of Composite Materials Technology". About.com, a part of The New York Times Company. Disponível em: <http://composite.about.com/library/glossary/u/bldef-u5795.htm>. Acesso em: 16 mar. 2010.

LI, Yan; MAI, Yiu-Wing. Fracture-Mechanical Properties of Sisal Fiber Composites. In: FAKIROV, S.; BHATTACHARYYA, D. **Handbook of Engineering Biopolymers: Homopolymers, Blends, and Composites**. USA: Hanser Gardner Publications, cap.12, 2007.

LI, Yan; MAI, Yiu-Wing; YE, Lin. Sisal fibre and its composites: a review of recent developments. **Composites Science and Technology**, v.60, p.2037-2055, 2000.

LI, Yan. Processing of Sisal Fiber Reinforced Composites by Resin Transfer Molding. **Materials and Manufacturing Processes**, v.21, p.181–190, 2006.

LI, Yan; SREEKALA, M. S.; JACOB, M. Textile composites based on natural fibers. In: THOMAS, Sabu e POTHAN, Laly A. **Natural Fibre Reinforced Polymer Composites from Macro and Nanoscale**. Philadelphia: Old city Publishing Inc, 2008. p.202-207.

LUO, Y.; VERPOEST, I.; HOES, K.; VANHEULE, M.; SOL, H. CARDON, A. Permeability measurement of textile reinforcements with several test fluids. **Composites: Part A**, v.32, p.1497-1504, 2001.

MANO, E. B.; MENDES, L. C. **Introdução a polímeros**. 2 ed. São Paulo: Edgard Blücher Ltda, 1999. 191p.

MATTOSO, L. H. C.; FERREIRA, F. C.; CURVELO, A. A. S. Sisal fiber: morphology and applications in polymer composites. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON

LIGNOCELLULOSICS-PLASTICS COMPOSITES, 1997, São Paulo. **Anais...** São Paulo, p.241-266, 1997.

MAZUMDAR, S. K. **Composites manufacturing: materials, product, and process engineering**. 1st ed. United States of America: CRC Press, 2002. 392p.

MILANESE, A. C.; BITTENCOURT, R. M. Estruturas de Madeira em Edificações Históricas: Método para realização de Diagnósticos. In: ENCONTRO BRASILEIRO DE MADEIRAS E EM ESTRUTURAS DE MADEIRA, X, 2006, São Pedro. **Anais**... São Pedro, 2006. Cd-rom.

MILANESE, A. C. **Caracterização de compósitos de matrizes poliméricas reforçadas com fibras de sisal e de vidro.** 2008. 130f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

MISHRA, S.; MOHANTY, A. K.; DRZAI, L. T.; MISRA, M.; HINRICHSEN, G. A review on pineapple leaf fibers, sisal fibers and their biocomposites. **Macromolecular Materials and Engineering**, v.289, p.955-974, 2004.

MOHAN, T. P.; KANNY, K. Water barrier properties of nanoclay filled sisal fibre reinforced epoxy composites. **Composites: Part A**, v.42, p.385–393, 2011.

MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T.; **Natural fibers, biopolymers, and biocomposites**. CRC Press: Boca Raton, 2005. 875p.

MOHANTY, S.; NAYAK, S. K. Interfacial, Dynamic Mechanical, and thermal fiber reinforced behavior of MAPE treated sisal fiber reinforced HDPE Composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v.102, p.3306-3315, 2006.

MOTHÉ, Cheila Gonçalves; AZEVEDO, Aline Damico. **Análise Térmica de Materiais**. São Paulo: iEditora, 2002. 302 p.

MOTHÉ, C; ARAUJO, C. R. Caracterização térmica e mecânica de compósitos de poliuretano com fibras de curauá. **Polímeros**, v.14, n.4, p.274-278, 2004.

NOGUEIRA, Clara Leal. **Obtenção e caracterização de compósitos termoplásticos avançados à base de matrizes de poli(propileno) reforçadas com fibra de carbono**, 2004. 227f. Tese (Doutorado em Ciências). Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2004.

OLYMPUS Corporation, 2010. **C-Scan Mapping**. Phased Array Tutorial. Disponível em: <http://www.olympus-ims.com/en/ndt-tutorials/instrumententation/cscan/>. Acesso em: 16 mar. 2010.

OKSMAN, K.; WALLSTRÖM, L.; BERGLUND, L. A.; TOLEDO FILHO, R. M. Morphology and Mechanical Properties of Unidirectional Sisal-Epoxy Composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v.84, p.2358-2365, 2002.

ORNAGHI JR., H. L.; CHIES, D.; FREIRE, E.; AMICO, S. C., ZATTERA, A. J. Preparação e caracterização de compósitos híbridos sisal/fibra de vidro processados por RTM. In: 18 CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS. **Anais...** Porto de Galinhas, 2008. Disponível em: <http://www.cbecimat.com.br/Trab_Completos/212-015.doc>. Acesso em: 10 out. 2008

PAIVA, J. M. F. de; FROLLINI, E. Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites. **Macromolecular Materials and Engineering**, v.291, p.405-417, 2006.

PATRA, A.; BISOYI, D. K. Investigation of the electrical and mechanical properties of short sisal fiber-reinforced epoxy composite in correlation with structural parameters of the reinforced fiber. **Journal of Materials Science**, v.46, p.7206-7213, 2011.

PETERS, S. T. **Handbook of Composites**. 2. ed. Great Britain: Chapman & Hall, 1998. 1118p.

POLIPOX – Indústria e Comércio Ltda. **Resina RL 3135LV e Endurecedor EL 3135L**. Relatório técnico. 2p., mar. 2010.

POTHAN, L. A.; MAI, Y. W.; THOMAS, S.; LI, R. K. Y. Tensile and Flexural Behavior of Sisal Fabric/Polyester Textile Composites Prepared by Resin Transfer Molding Technique. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v.27, n.16-17, p.1847-1866, 2008.

RADIUS Engineering Inc. **Composite Manufacturing Solutions**. Salt Lake City, Utah, USA, 2009. Disponível em: <http://www.radiuseng.com/injectors.htm>. Acesso em: 27 out. 2009.

RAQUEZ, J. M.; DELÉGLISE, M.; LACRAMPE, M. F.; KRAWCZAK, P. Thermosetting (bio)materials derived from renewable resources: A critical review. **Progress in Polymer Science**, v.35, p.487-509, 2010.

RESEPOX, 2012. **Adesivos e Revestimentos**. Disponível em: <http://www.resepox.com.br/historico.htm>. Acesso em 11 abr. 2012.

ROCKEMBACH, Cecília Queiroz. **Apostila de aula: Testes de Hipóteses**. Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Faculdade de Matemática. Disponível em: <http://www.pucrs.br/famat/cecilia/Testes_de_Hipoteses_2.pdf>. Acesso em: 07 out. 2012. 2009, 4p.

RODRÍGUEZ, E.; GIACOMELLI, F. e VÁZQUEZ, A. Permeability-Porosity Relationship in RTM for Different Fiberglass and Natural Reinforcements. **Composite Materials**, v.38, n.03, p.259-268, 2004.

RODRÍGUEZ, E. S.; STEFANI, P. M. e VÁZQUEZ, A. Effects of fibers' alkali treatment on the resin transfer molding processing and mechanical properties of jute-vinylester composites. **J. Compos. Mater**., v.41, p.1729-1741, 2007.

RONG, Min Zhi; ZHANG, Ming Qiu; LIU, Yuan; YANG, Gui Cheng; ZENG, Han Min. The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. **Composites Science and Technology**, v.61, p.1437-1447, 2001.

SCHMIDT, T. M.; GOSS, T. M.; AMICO, S. C.; LEKAKOU, C. Permeability of Hybrid Reinforcements and Mechanical Properties of their Composites Molded by Resin Transfer Molding. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v.28, n.23, p.2839-2850, 2009.

SHIINO, M. Y. **Desenvolvimento e caracterização de compósitos processados por RTM para aplicação aeroespacial**, 2011. 115f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

SHIINO, M. Y.; FARIA, M, C. M., BOTELHO, E. C.; OLIVEIRA, P. C. Assessment of Cumulative Damage by Using Ultrasonic C-Scan on Carbon Fiber/Epoxy Composites Under Thermal Cycling. **Materials Research**, v.15, n.4, p.495-499, 2012.

SAHEB, D. N.; JOG, J. P. Natural Fiber Polymer Composites: A Review. **Advances in Polymer Technology**, v.18, n.4, p.351-363, 1999.

SILAEX, 2011. Site com informações tecnológicas, serviços e produtos. Disponível em: <http://www.silaex.com.br/epoxi.htm>. Acesso em 11 abr. 2012.

SILVA, H. S. P.; ABREU, T. M.; MORAES, A. G. O.; TOMIYAMA, M.; COELHO, L. A. F.; AMICO, S. C. Utilização de ensaios short beam em compósitos com fibras de sisal e curauá. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 10, 2009, Foz do Iguaçu. **Anais**... Foz do Iguaçu, 2009. CD-ROM.

SILVA, Rosana Vilarim da. **Compósito de resina poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais.** São Carlos, 2003. 157f. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais). Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003. Disponível em <http://www.teses.usp.br/>. Acesso em: 11 mar. 2005.

SILVA, R. V.; UEKI, M. M.; SPINELLI, D.; BOSE FILHO, W. W.; TARPANI, J. R. Thermal, Mechanical, and Hygroscopic Behavior o Sisal Fiber/Polyurethane Resin-based Composites. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v.29, n.9, p.1399-1417, 2010.

SONG, J. H.; MUN, S. D.; KIM, C. S. Mechanical properties of sisal natural fiber composites according to strain rate and absorption ratio. **Polymer Composites**, v.32, p.1174-1180, 2011.

SREEKUMAR, P. A.; SAIAH, R.; SAITER, J. M.; LEBLANC, N.; JOSEPH, K.; UNNIKRISHNAN, G.; THOMAS, S. Dynamic mechanical Properties of sisal fiber reinforced polyester composites fabricated by resin transfer molding. **Polymer Composites**, p.768-775, 2009.

STUART, Barbara H. **Polymer analysis**. England: John Wiley & Sons Ltda, 2003. 279p.

SYDENSTRICKER, T. H. D.; MOCHNAZ, S.; AMICO, S. C. Pull-out and other evaluations in sisal-reinforced polyester biocomposites. **Polymer testing**, v.22, p.375-380, 2003.

TAJ, S.; MUNAWAR, M. A.; KHAN, S. Review: Natural fiber-reinforced polymer composites. **Proc Pakistan Acad Sci.**, v.44, n.2, 2007.

TOWO, A. N.; ANSELL, M. P. Fatigue evaluation and dynamic mechanical thermal analysis of sisal fibre-thermosetting resin composites. **Composites Science and Technology**, v.68, p.925-932, 2008.

VORTAL para o arranjo de Sisal na Bahia, 2005. **Panorama do setor de sisal no estado da Bahia**. Governo da Bahia. Secretaria do Planejamento, Ciência e Tecnologia. Disponível em: <http://www5.prossiga.br/arranjos/vortais/sisal_ba_panorama1.html>. Acesso em: 03 abr. 2005.

WIKIMEDIA, 2008. Disponível em: <http://commons.wikimedia.org/wiki/Image:RTM_process.png>. Acesso em: 24 jan 2008.

WIKIPÉDIA, 2005. Disponível em: <http://pt.wikipedia.org/wiki/Sisal>. Acesso em: 03 mai. 2005.

ZÁRATE, C. N.; ARANGUREN, M. I.; REBOREDO, M. M. Influence of Fiber Volume Fraction and Aspect Ratio in Resol-Sisal Composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v.89, p.2714-2722, 2003.

APÊNDICE A – Permeabilidade do tecido de sisal (uma camada de tecido)

Inicialmente, estudou-se a permeabilidade do tecido de sisal por meio dos ensaios experimentais realizados na Universidade Técnica de Lisboa (UTL) em Lisboa/Portugal. Porém, como o molde da universidade não suportava grandes pressões e não foi possível trabalhar com a viscosidade da solução de glicerina próxima a da resina utilizada, além da espessura do molde que nos limitou à utilização de apenas uma camada de tecido, estes estudos foram repetidos na UNESP/FEG com a finalidade de simular o mais próximo possível às condições reais do processamento via RTM utilizado.

1 MATERIAIS E MÉTODOS

Estudou-se o método unidirecional com variação da pressão de injeção, utilizando como fluido uma solução de glicerina e com a utilização de uma camada de tecido. Nesse procedimento foram controladas: a velocidade e a pressão de injeção, além da temperatura do processo.

O estudo da permeabilidade foi realizado no Departamento de Engenharia Química e Biológica do Instituto Superior Técnico (IST), da Universidade Técnica de Lisboa (UTL) em Lisboa/Portugal.

Um circuito hidráulico com bomba peristáltica, esquematizado na Figura 7.1, foi utilizado para que o tecido de sisal que estava dentro do molde metálico fosse permeado pelo fluido.

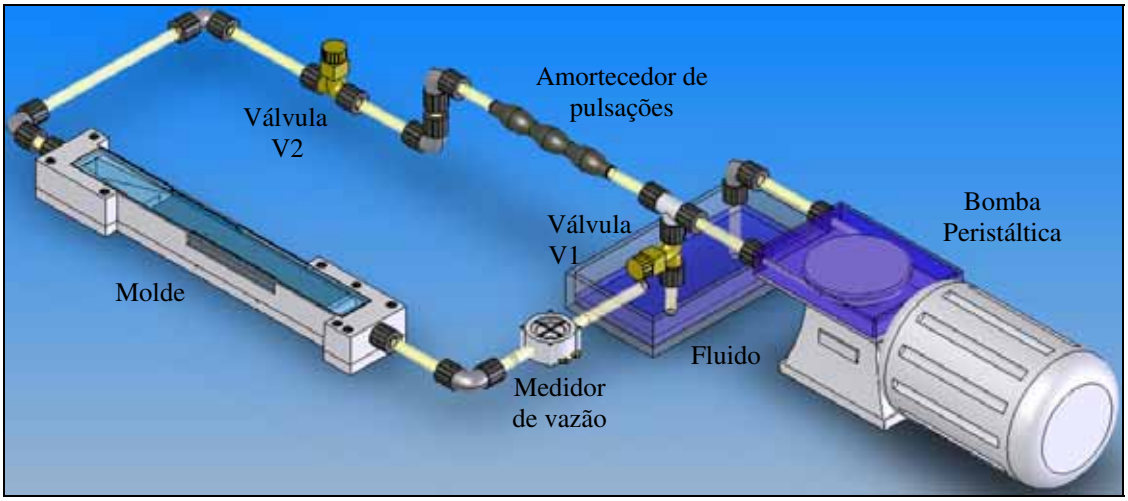


Figura 7.1 – Representação esquemática da instalação montada e de alguns dos seus constituintes

Como a bomba utilizada, modelo LAV 200 da marca DOSIPER, não permite a variação da vazão do fluido, as válvulas foram adicionadas ao circuito para essa função.

O medidor da vazão indutivo é um sensor de vazão que transforma a rotação das suas pás em um impulso elétrico sinusoidal de frequência proporcional. O modelo utilizado foi o SCAU-010A da marca ELAB. Para a leitura da vazão, a aquisição do sinal foi realizada em uma placa de dados (NI USB-6008) e a visualização pelo programa LABVIEW.

A calibração do medidor de vazão, ou seja, a relação entre a frequência do sinal e a vazão correspondente foi estabelecida mediante o uso de uma proveta graduada e um cronômetro, medindo o tempo necessário para encher a proveta em diversos pontos de funcionamento, sendo que o resultado se revelou linear para cada calibração.

O molde metálico utilizado era fabricado em duralumínio e formado por duas partes, a base e a tampa, que são presas por parafusos. A tampa possui visualização superior através da parte acrílica e possui um ponto de entrada e um ponto de saída. A iníco do canal é em forma cônica para facilitar a entrada do líquido, e a espessura do canal é o equivalente a uma camada de tecido (2,4mm). A estanqueidade do molde é assegurada pela colocação de um anel de vedação (*o-ring)* na parte inferior do molde, sendo que entre as partes acrílica e metálica foi passado silicone. Para a leitura das pressões, a parte acrílica era trocada por outra que possuía dois furos, distanciados por 156 mm, possibilitando a leitura da diferença de pressão dos escoamentos no seu interior.

Para a medição da pressão foi utilizado um manômetro diferencial em *U* preenchido com tetrabromoetano ($\rho = 2967$ kgf/m^3).

A diferença de pressão foi calculada segundo a equação (19) fundamental da hidrostática:

$$\Delta P = \rho \cdot g \cdot \Delta h \tag{19}$$

Em que, ρ é a massa específica do fluído manométrico, g é a aceleração da gravidade e Δh é a diferença de cota da interface dos fluidos entre os dois lados do manômetro em *U*.

O sistema foi montado com o propósito de visualização e também de filmagem com uma câmera digital da marca Sony, modelo DSC W50, com taxa de aquisição de 25 quadros por segundo, para registro da progressão da frente do fluido para pós-processamento de dados pelo programa *Windows Live Movie Maker* e obtenção do valor de permeabilidade.

2 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Como todos os testes de permeabilidade foram realizados com uma camada de tecido no mesmo molde retangular, com as dimensões da cavidade de 200 mm de comprimento por 30 mm de largura por 2,4 mm espessura, a fração volumétrica do tecido (v_f) foi determinada a

partir da porosidade (ϕ) calculada no item 5.1, onde $v_f = 1 - \phi$.

Como o valor da permeabilidade varia conforme o volume de fibras (LUO et al., 2001; CHEN et al., 2010), diminuindo normalmente com o aumento do volume de fibras, a permeabilidade calculada será para o tecido *plain-weave* de sisal, com uma fração volumétrica de 32,2% e porosidade (ϕ) de 0,678.

O fluído utilizado neste estudo foi uma solução de glicerina com corante, cuja viscosidade foi determinada após análise no viscosímetro Brookfield, modelo LVDV-II+P CP, sendo os dados considerados no cálculo apresentados na Tabela 7.1.

Tabela 7.1 – Dados extraídos do ensaio de viscosidade Brookfield da solução de glicerina à temperatura controlada de 25°C

Viscosidade (mPa.s)	Velocidade	% Torque	Tensão de cisalhamento	Taxa de cisalhamento
21,30	2,00	13,90	3,20	15,00
21,45	2,50	17,50	4,02	18,75
21,66	3,00	21,20	4,87	22,50
21,81	3,50	24,90	5,72	26,25
21,84	4,00	28,50	6,55	30,00
21,59	4,50	31,70	7,29	33,75
21,64	5,00	35,30	8,11	37,50
21,73	5,50	39,00	8,97	41,25
21,71	6,00	42,50	9,77	45,00
21,64	6,50	45,90	10,55	48,75
21,59	7,00	49,30	11,33	52,50
21,62	7,50	52,90	12,16	56,25
21,65	8,00	56,50	12,99	60,00
21,60	8,50	59,90	13,77	63,75
21,66	9,00	63,60	14,62	67,50
21,68	9,50	67,20	15,45	71,25
21,61	10,00	70,50	16,21	75,00
21,69	10,50	74,30	17,08	78,75
21,62	11,00	77,60	17,84	82,50
21,61	11,50	81,10	18,64	86,25
21,63	12,00	84,70	19,47	90,00
21,60	12,50	88,10	20,25	93,75
21,74	13,00	92,20	21,19	97,50
21,57	13,50	95,00	21,84	101,25
21,65	14,00	98,90	22,73	105,00
21,67	14,50	102,50	23,56	108,75
21,64	**Média**			
0,10	**Desvio-padrão**			

Sendo os testes realizados sempre em temperatura ambiente de 25°C, a viscosidade considerada para a solução de glicerina é de 21,64 mPa.s.

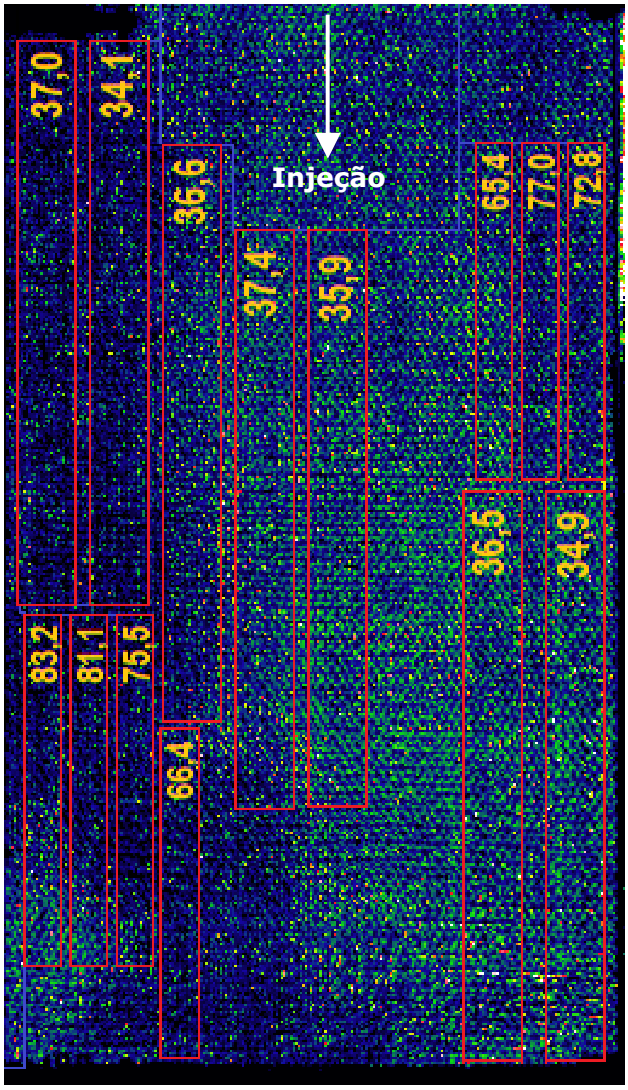
A solução de glicerina foi injetada, em função da vazão, por uma das extremidades do molde até sair pela outra extremidade, percorrendo toda a dimensão do tecido seco de sisal, foram realizados 8 (oito) experimentos com variação da pressão de injeção. Durante o ensaio, uma câmera realizava a gravação da linha de fluxo e os dados extraídos por meio dos programas *Windows Movie Maker* e LABVIEW foram registrados na Tabela 7.2.

Tabela 7.2 – Dados extraídos do ensaio de permeabilidade com solução de glicerina à temperatura de 25°C

Ensaio	**Vazão (l/h)**	**Tempo total t (s)**	**Velocidade linear v (m/s)**	**Variação da pressão ΔP (Pa)**	**$\Delta P/\Delta L$ (Pa/m)**	**K_{SAT} (m^2)**
1	6,03	10,24	0,01953	6436,11	40734,87	$7{,}035 \times 10^{-9}$
2	6,85	9,84	0,02033	6997,67	44289,05	$6{,}733 \times 10^{-9}$
3	9,51	5,76	0,03472	8874,38	56166,96	$9{,}070 \times 10^{-9}$
4	9,85	5,76	0,03472	8961,67	56719,43	$8{,}982 \times 10^{-9}$
5	11,20	5,44	0,03676	9194,44	58192,66	$9{,}269 \times 10^{-9}$
6	11,64	4,56	0,04386	9485,40	60034,18	$10{,}719 \times 10^{-9}$
7	12,69	4,16	0,04808	10241,91	64822,22	$10{,}882 \times 10^{-9}$
8	14,01	3,92	0,05102	11231,18	71083,42	$10{,}531 \times 10^{-9}$
Média						**$9{,}153 \times 10^{-9}$**
Desvio-padrão						**$1{,}592 \times 10^{-9}$**

Considerando o que foi discutido, anteriormente e no item 2.6, o processo de injeção é modelado conforme o comportamento de escoamento do fluído em meio poroso, e a permeabilidade foi calculada, então, de acordo com a lei de Darcy, equação (1), chegando-se a $K = 9{,}15 \times 10^{-9}$ m^2, valor alto devido ao arranjo geométrico das fibras, que possui alta porosidade associada à grande separação das fibras entre as tramas, além da baixa fração volumétrica de fibras.

APÊNDICE B – Placa I: localização dos corpos de prova em relação ao mapa C-Scan e aos valores de resistência mecânica obtidos, em MPa



APÊNDICE C – Análise estatística: cálculos

O estudo estatístico fez a comparação de duas médias em termos de "*t*" de *Student* (Tabela ANEXO B) para determinar se as resistências mecânicas e os módulos de tração e de flexão entre a resina e o compósito podem ser considerados iguais.

1 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

Considerando:

Resistência média amostral da resina – $\bar{x}_1 = 39{,}8$ MPa;

Resistência média amostral do compósito – $\bar{x}_2 = 36{,}1$ MPa;

Variância da média amostral da resina (desvio-padrão ao quadrado) – $s_1^2 = 23{,}04$;

Variância da média amostral do compósito – $s_2^2 = 1{,}3924$;

Tamanho da amostra de resina – $n_1 = 5$;

Tamanho da amostra do compósito – $n_2 = 7$;

Valor testado da média – $\Delta = 0$, pois testando a hipótese H_0: $\bar{x}_1 = \bar{x}_2$, temos que $\Delta = \bar{x}_1 - \bar{x}_2 \therefore \Delta = \bar{x}_1 - \bar{x}_1 \rightarrow \Delta = 0$;

E, testando para ambos os casos as hipóteses:

$$H_0: \quad \bar{x}_1 = \bar{x}_2$$
$$H_1: \quad \bar{x}_1 \neq \bar{x}_2$$

Sendo H_0 rejeitado se

$$| t_{n_1+n_2-2} | \; > \; t_{n_1+n_2-2,\alpha/2}$$

1.1 Primeiro caso: Desvios-padrão das populações são desconhecidos, mas podem ser supostos iguais

Calculando

$$S_p^2 = \frac{(n_1-1)s_1^2 + (n_2-1)s_2^2}{n_1+n_2-2} = \frac{(5-1)23{,}04 + (7-1)1{,}3924}{5+7-2} = 10{,}0514$$

Mediante

$$t_{n_1+n_2-2} = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_p^2(1/n_1 + 1/n_2)}} = \frac{(39{,}8 - 36{,}1) - 0}{\sqrt{10{,}0514(1/5 + 1/7)}} = 1{,}993$$

O valor crítico é

$$t_{n_1+n_2-2} = t_{10;1\%} = t_{10;0,005} = 3,169$$

Logo, como $|t_{10}|$ calculado não é maior que $t_{10;0,005}$, aceita-se H_0 afirmando estatisticamente, com 1% de significância, que as médias podem ser consideradas iguais.

1.2 Segundo caso: Desvios-padrão das populações são desconhecidos e não podem ser supostos iguais

O valor a ser testado é

$$t_v = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2}} = \frac{(39,8 - 36,1) - 0}{\sqrt{23,04/5 + 1,3924/7}} = 1,688$$

Calculando w_1 e w_2

$$w_1 = \frac{s_1^2}{n_1} = \frac{23,04}{5} = 4,608 \qquad e \qquad w_2 = \frac{s_2^2}{n_2} = \frac{1,3924}{7} = 0,1989$$

Temos o valor crítico corrigido

$$v = \frac{(w_1 + w_2)^2}{w_1^2/(n_1+1) + w_2^2/(n_2+1)} - 2 = \frac{(4,608 + 0,1989)^2}{4,608^2/(5+1) + 0,1989^2/(7+1)} - 2 = 4,52 \therefore v \approx 5$$

Adotando $v = 5$, o valor crítico tabelado será $t_{5;0,005} = 4,032$. Como $|t_v|$ não é maior que $t_{5;0,005}$, logo, aceita-se H_0 afirmando, com 1% de significância, que estatisticamente as médias podem ser consideradas iguais.

2 RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Considerando:

Resistência média amostral da resina – $\bar{x}_1 = 89,0$ MPa;

Resistência média amostral do compósito – $\bar{x}_2 = 74,5$ MPa;

Variância da média amostral da resina (desvio-padrão ao quadrado) – $s_1^2 = 3,1329$;

Variância da média amostral do compósito – $s_2^2 = 46,24$;

Tamanho da amostra de resina – $n_1 = 5$;

Tamanho da amostra do compósito – $n_2 = 7$;

Valor testado da média – $\Delta = 0$;

E, testando para ambos os casos as hipóteses:

$$H_0: \quad \bar{x}_1 = \bar{x}_2$$
$$H_1: \quad \bar{x}_1 \neq \bar{x}_2$$

Sendo H_0 rejeitado se

$$|t_{n_1+n_2-2}| > t_{n_1+n_2-2,\alpha/2}$$

2.1 Primeiro caso: Desvios-padrão das populações são desconhecidos, mas podem ser supostos iguais

Calculando

$$S_p^2 = \frac{(n_1-1)s_1^2 + (n_2-1)s_2^2}{n_1+n_2-2} = \frac{(5-1)3{,}1329 + (7-1)46{,}24}{5+7-2} = 28{,}9972$$

Mediante

$$t_{n_1+n_2-2} = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_p^2(1/n_1 + 1/n_2)}} = \frac{(89{,}0 - 74{,}5) - 0}{\sqrt{28{,}9972(1/5 + 1/7)}} = 1{,}458$$

O valor crítico é

$$t_{n_1+n_2-2} = t_{10;1\%} = t_{10;0{,}005} = 3{,}169$$

Logo, como $|t_{10}|$ calculado não é maior que $t_{10;0,005}$, aceita-se H_0 afirmando, com 1% de significância, que estatisticamente as médias podem ser consideradas iguais.

2.2 Segundo caso: Desvios-padrão das populações são desconhecidos e não podem ser supostos iguais

O valor a ser testado é

$$t_v = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2}} = \frac{(89{,}0 - 74{,}5) - 0}{\sqrt{3{,}1329/5 + 46{,}24/7}} = 5{,}392$$

Calculando w_1 e w_2

$$w_1 = \frac{s_1^2}{n_1} = \frac{3{,}1329}{5} = 0{,}6266 \qquad e \qquad w_2 = \frac{s_2^2}{n_2} = \frac{46{,}24}{7} = 6{,}6057$$

Temos o valor crítico corrigido

$$v = \frac{(w_1 + w_2)^2}{w_1^2/(n_1+1) + w_2^2/(n_2+1)} - 2 = \frac{(0{,}6266 + 6{,}6057)^2}{0{,}3926^2/(5+1) + 43{,}64^2/(7+1)} - 2 = 9{,}42 \therefore v \approx 9$$

Adotando v = 9, o valor crítico tabelado será $t_{9;0,005} = 3{,}250$. Como $|t_v|$ é maior que $t_{9;0,005}$, logo, rejeita-se H_0 e aceita-se H_1, afirmando estatísticamente, com 1% de significância, que as médias são diferentes.

3 MÓDULO EM TRAÇÃO

Considerando:

Módulo médio amostral da resina – $\bar{x}_1 = 2132{,}8$ MPa;

Módulo médio amostral do compósito – $\bar{x}_2 = 2189{,}7$ MPa;

Variância da média amostral da resina (desvio-padrão ao quadrado) – $s_1^2 = 2043{,}0$;

Variância da média amostral do compósito – $s_2^2 = 8686{,}2$;

Tamanho da amostra de resina – $n_1 = 5$;

Tamanho da amostra do compósito – $n_2 = 7$;

Valor testado da média – $\Delta = 0$, pois testando a hipótese H_0: $\bar{x}_1 = \bar{x}_2$, temos que $\Delta = \bar{x}_1 - \bar{x}_2 \therefore \Delta = \bar{x}_1 - \bar{x}_1 \rightarrow \Delta = 0$;

E, testando para ambos os casos as hipóteses:

$$H_0: \qquad \bar{x}_1 = \bar{x}_2$$
$$H_1: \qquad \bar{x}_1 \neq \bar{x}_2$$

Sendo H_0 rejeitado se

$$|t_{n_1+n_2-2}| \; > \; t_{n_1+n_2-2,\alpha/2}$$

3.1 Primeiro caso: Desvios-padrão das populações são desconhecidos, mas podem ser supostos iguais

Calculando

$$S_p^2 = \frac{(n_1-1)s_1^2 + (n_2-1)s_2^2}{n_1+n_2-2} = \frac{(5-1)2043{,}0 + (7-1)8686{,}2}{5+7-2} = 6028{,}92$$

Mediante

$$t_{n_1+n_2-2} = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_p^2(1/n_1 + 1/n_2)}} = \frac{(2132{,}8 - 2189{,}7) - 0}{\sqrt{6028{,}92(1/5 + 1/7)}} = -1{,}252$$

O valor crítico é

$$t_{n_1+n_2-2} = t_{10;1\%} = t_{10;0{,}005} = 3{,}169$$

Logo, como $|t_{10}|$ calculado não é maior que $t_{10;0,005}$, aceita-se H_0 afirmando, com 1% de significância, que estatisticamente os módulos podem ser considerados iguais.

3.2 Segundo caso: Desvios-padrão das populações são desconhecidos e não podem ser supostos iguais

O valor a ser testado é

$$t_v = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2}} = \frac{(2132{,}8 - 2189{,}7) - 0}{\sqrt{2043{,}0/5 + 8686{,}2/7}} = -1{,}400$$

Calculando w_1 e w_2

$$w_1 = \frac{s_1^2}{n_1} = \frac{2043{,}0}{5} = 408{,}6 \qquad e \qquad w_2 = \frac{s_2^2}{n_2} = \frac{8686{,}2}{7} = 1240{,}9$$

Temos o valor crítico corrigido

$$v = \frac{(w_1 + w_2)^2}{w_1^2/(n_1+1) + w_2^2/(n_2+1)} - 2 = \frac{(408{,}6 + 1240{,}9)^2}{408{,}6^2/(5+1) + 1240{,}9^2/(7+1)} - 2 = 12{,}35 \therefore v \approx 12$$

Adotando v = 12, o valor crítico tabelado será $t_{12;0,005} = 3{,}055$. Como $|t_v|$ não é maior que $t_{12;0,005}$, logo, aceita-se H_0 afirmando estatisticamente, com 1% de significância, que os módulos podem ser considerados iguais.

4 MÓDULO EM FLEXÃO

Considerando:

Módulo médio amostral da resina – $\bar{x}_1 = 2846{,}7$ MPa;

Módulo médio amostral do compósito – $\bar{x}_2 = 3864{,}8$ MPa;

Variância da média amostral da resina (desvio-padrão ao quadrado) – $s_1{}^2 = 49729{,}0$;

Variância da média amostral do compósito – $s_2{}^2 = 14113{,}44$;

Tamanho da amostra de resina – $n_1 = 5$;

Tamanho da amostra do compósito – $n_2 = 7$;

Valor testado da média – $\Delta = 0$;

E, testando para ambos os casos as hipóteses:

$$H_0: \quad \bar{x}_1 = \bar{x}_2$$
$$H_1: \quad \bar{x}_1 \neq \bar{x}_2$$

Sendo H_0 rejeitado se

$$|t_{n_1+n_2-2}| \; > \; t_{n_1+n_2-2,\alpha/2}$$

4.1 Primeiro caso: Desvios-padrão das populações são desconhecidos, mas podem ser supostos iguais

Calculando

$$S_p^2 = \frac{(n_1-1)s_1^2 + (n_2-1)s_2^2}{n_1+n_2-2} = \frac{(5-1)49729{,}0 + (7-1)14113{,}44}{5+7-2} = 28359{,}66$$

Mediante

$$t_{n_1+n_2-2} = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_p^2(1/n_1 + 1/n_2)}} = \frac{(2846{,}7 - 3864{,}8) - 0}{\sqrt{28359{,}66(1/5 + 1/7)}} = -10{,}325$$

O valor crítico é

$$t_{n_1+n_2-2} = t_{10;1\%} = t_{10;0,005} = 3{,}169$$

Logo, como $|t_{10}|$ calculado é maior que $t_{10;0,005}$, rejeita-se H_0 afirmando, com 1% de significância, que estatisticamente os módulos em flexão são diferentes.

4.2 Segundo caso: Desvios-padrão das populações são desconhecidos e não podem ser supostos iguais

O valor a ser testado é

$$t_v = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2) - \Delta}{\sqrt{S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2}} = \frac{(2846,7 - 3864,8) - 0}{\sqrt{49729,0/5 + 14113,44/7}} = -9,309$$

Calculando w_1 e w_2

$$w_1 = \frac{s_1^2}{n_1} = \frac{49729,0}{5} = 9945,8 \qquad e \qquad w_2 = \frac{s_2^2}{n_2} = \frac{14113,44}{7} = 2016,2$$

Temos o valor crítico corrigido

$$v = \frac{(w_1 + w_2)^2}{w_1^2/(n_1+1) + w_2^2/(n_2+1)} - 2 = \frac{(9945,8 + 2016,2)^2}{9945,8^2/(5+1) + 2016,2^2/(7+1)} - 2 = 8,42 \therefore v \approx 8$$

Adotando v = 8, o valor crítico tabelado será $t_{8;0,005} = 3,355$. Como $|t_v|$ é maior que $t_{8;0,005}$, logo, rejeita-se H_0 e aceita-se H_1, afirmando estatisticamente, com 1% de significância, que os módulos em flexão são diferentes.

ANEXO A – Valores médios usuais de resistência e rigidez de algumas madeiras dicotiledôneas nativas e de florestamento, para umidade média igual a 12% (NBR 7190)

Nome comum (dicotiledôneas)	Nome científico	$\rho_{ap(12\%)}$ (kg/m³)	f_{c0} (MPa)	f_{t0} (MPa)	f_{tn90} (MPa)	f_v (MPa)	E_{c0} (MPa)
Angelim-araroba	*Votaireopsis araroba*	688	50,5	69,2	3,1	7,1	12876
Angelim-ferro	*Hymenolobium* spp	1170	79,5	117,8	3,7	11,8	20827
Angelim-pedra	*Hymenolobium petraeum*	694	59,8	75,5	3,5	8,8	12912
Angelim-pedra Verdadeiro	*Dinizia excelsa*	1170	76,7	104,9	4,8	11,3	16694
Branquilho	*Termilalia* spp	803	48,1	87,9	3,2	9,8	13481
Cafearana	*Andira* spp	677	59,1	79,7	3,0	5,9	14098
Canafistula	*Cassia ferruginea*	871	52,0	84,9	6,2	11,1	14613
Casca Grossa	*Vochysia* spp	801	56,0	120,2	4,1	8,2	16224
Castelo	*Gossypiospermum praecox*	759	54,8	99,5	7,5	12,8	11105
Catiúba	*Qualea paraensis*	1221	83,8	86,2	3,3	11,1	19426
Cedro Amargo	*Cedrella odorata*	504	39,0	58,1	3,0	6,1	9839
Cedro Doce	*Cedrella* spp	500	31,5	71,4	3,0	5,6	8058
Champagne	*Dipterys odorata*	1090	93,2	133,5	2,9	10,7	23002
Cupiúba	*Goupia glabra*	838	54,4	62,1	3,3	10,4	13627
E. Alba	*Eucalyptus alba*	705	47,3	69,4	4,6	9,5	13409
E. Camaldulensis	*Eucalyptus camaldulensis*	899	48,0	78,1	4,6	9,0	13286
E. Citriodora	*Eucalyptus citriodora*	999	62,0	123,6	3,9	10,7	18421
E. Cloeziana	*Eucalyptus cloeziana*	822	51,8	90,8	4,0	10,5	13963
E. Dunnii	*Eucalyptus dunnii*	690	48,9	139,2	6,9	9,8	18029
E. Grandis	*Eucalyptus grandis*	640	40,3	70,2	2,6	7,0	12813
E. Maculata	*Eucalyptus maculata*	931	63,5	115,6	4,1	10,6	18099
E. Maidene	*Eucalyptus maidene*	924	48,3	83,7	4,8	10,3	14431
E. Microcorys	*Eucalyptus microcorys*	929	54,9	118,6	4,5	10,3	16782
E. Paniculata	*Eucalyptus paniculata*	1087	72,7	147,4	4,7	12,4	19881
E. Propinqua	*Eucalyptus propinqua*	952	51,6	89,1	4,7	9,7	15561
E. Punctata	*Eucalyptus punctata*	948	78,5	125,6	6,0	12,9	19360
E. Saligna	*Eucalyptus saligna*	731	46,8	95,5	4,0	8,2	14933
E. Tereticornis	*Eucalyptus tereticornis*	899	57,7	115,9	4,6	9,7	17198
E. Triantha	*Eucalyptus triantha*	755	53,9	100,9	2,7	9,2	14617
E. Umbra	*Eucalyptus umbra*	889	42,7	90,4	3,0	9,4	14577
E. Urophylla	*Eucalyptus urophylla*	739	46,0	85,1	4,1	8,3	13166
Garapa Roraima	*Apuleia leiocarpa*	892	78,4	108,0	6,9	11,9	18359
Guaiçara	*Luetzelburgia* spp	825	71,4	115,6	4,2	12,5	14624
Guarucaia	*Peltophorum vogelianum*	919	62,4	70,9	5,5	15,5	17212
Ipê	*Tabebuia serratifolia*	1068	76,0	96,8	3,1	13,1	18011
Jatobá	*Hymenaea* spp	1074	93,3	157,5	3,2	15,7	23607
Louro-preto	*Ocotea* spp	684	56,5	111,9	3,3	9,0	14185
Maçaranduba	*Manilkara* spp	1143	82,9	138,5	5,4	14,9	22733
Mandioqueira	*Qualea* spp	856	71,4	89,1	2,7	10,6	18971
Oiticica Amarela	*Clarisia racemosa*	756	69,9	82,5	3,9	10,6	14719

$\rho_{ap(12\%)}$ é a massa específica aparente a 12% de umidade

f_{c0} é a resistência á compressão paralela às fibras

f_{t0} é a resistência à tração paralela às fibras

f_{tn90} é a resistência à tração normal às fibras

f_v é a resistência ao cisalhamento

E_{c0} é o módulo de elasticidade longitudinal obtido no ensaio de compressão paralela às fibras

ANEXO B – Distribuição *t* de *Student* – valores de $t_{v,P}$, onde $P = P\ (t_v \geq t_{v,P})$

(COSTA NETO, 2002)

v	P				
	0,10	0,05	0,025	0,01	0,005
1	3,078	6,314	12,706	31,821	63,657
2	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925
3	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841
4	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604
5	1,476	2,015	2,571	3,365	4.032
6	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707
7	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499
8	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355
9	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250
10	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169
11	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106
12	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055
13	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012
14	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977
15	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947
16	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921
17	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898
18	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878
19	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861
20	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845
21	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831
22	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819
23	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807
24	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797
25	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787
26	1,315	1,706	2,056	2,479	2,779
27	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771
28	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763
29	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756
30	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750
50	1,299	1,676	2,009	2,403	2,678
80	1,292	1,664	1,990	2,374	2,639
120	1,289	1,657	1,980	2,351	2,618
∞	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576

P - probabilidade