



Ministério da Educação
Universidade Tecnológica Federal Do Paraná
Câmpus Cornélio Procópio



AMANDA ALBERTIN XAVIER DA SILVA

**COMPORTAMENTO MECÂNICO E DE INFLAMABILIDADE DO
COMPÓSITO DE POLIURETANA DERIVADA DE ÓLEOS VEGETAIS
(PU) REFORÇADO COM FIBRA DE ALGODÃO E ALUMINA TRI-
HIDRATADA.**

DISSERTAÇÃO

CORNÉLIO PROCÓPIO
2018

AMANDA ALBERTIN XAVIER DA SILVA

**COMPORTAMENTO MECÂNICO E DE INFLAMABILIDADE DO
COMPÓSITO DE POLIURETANA DERIVADA DE ÓLEOS VEGETAIS
(PU) REFORÇADO COM FIBRA DE ALGODÃO E ALUMINA TRI-
HIDRATADA.**

Dissertação apresentada como requisito para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Câmpus Cornélio Procópio.

Orientador: Prof. Dr. Romeu Rony Cavalcante da Costa.

Coorientadora: Prof. Dra. Sandra Mara Domiciano.

CORNÉLIO PROCÓPIO

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

S586 Silva, Amanda Albertin Xavier da

Comportamento mecânico e de inflamabilidade do compósito de poliuretana derivada de óleos vegetais (PU) reforçado com fibra de algodão e alumina tri-hidratada / Amanda Albertin Xavier da Silva. – 2018.

138 f. : il. color. ; 31 cm.

Orientador: Romeu Rony Cavalcante da Costa.

Coorientador: Sandra Mara Domiciano.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Cornélio Procópio, 2018.

Bibliografia: p. 132-138.

1. Compósitos poliméricos. 2. Poliuretanas. 3. Fios de algodão. 4. Engenharia Mecânica – Dissertações. I. Costa, Romeu Rony Cavalcante da, orient. II. Domiciano, Sandra Mara, coorient. III. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. IV. Título.

CDD (22. ed.) 620.1

Biblioteca da UTFPR - Câmpus Cornélio Procópio

Bibliotecários/Documentalistas responsáveis:
Simone Fidêncio de Oliveira Guerra – CRB-9/1276
Romeu Righetti de Araujo – CRB-9/1676

Título da Dissertação Nº 022:

“Comportamento Mecânico e de Inflamabilidade do Compósito de Poliuretana Derivada de Óleos Vegetais (PU) Reforçado com Fibra de Algodão e Alumina Tri-hidratada”.

por

Amanda Albertin Xavier Da Silva

Orientador: Prof. Dr. Romeu Rony Cavalcante Da Costa

Esta dissertação foi apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA – Área de Concentração: Ciências Mecânicas, linha de pesquisa: Caracterização dos Materiais Aplicados em Engenharia, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPGEM – da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR – Campus Cornélio Procópio, às 08h30 do dia 20 de fevereiro de 2018. O trabalho foi aprovado pela Banca Examinadora, composta pelos professores:

Prof. Dr. Romeu Rony Cavalcante Da Costa
(Orientador – UTFPR-CP)

Profa. Dra. Sandra Mara Domiciano
(Coorientadora -UTFPR-CP)

Prof. Dr. João Roberto Sartori Moreno
(UTFPR-CP)

Prof. Dr. Marcelo Leite Ribeiro
(USP – São Carlos/SP)

Visto da coordenação:

Prof. Dr. Vagner Alexandre Rigo
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
UTFPR Campus Cornélio Procópio

A Folha de Aprovação assinada encontra-se na Coordenação do Curso.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais Mafalda Albertin Xavier da Silva (*in memoriam*)
e Umberto Xavier da Silva Júnior.

AGRADECIMENTOS

Deixo aqui registrados os meus mais sinceros agradecimentos:

Ao bom Deus que até aqui me instituiu da saúde, capacidade e inspiração necessárias para trilhar meu caminho.

À minha mãe Mafalda e ao meu pai Umberto que, com todo o amor do mundo, construíram o alicerce da minha educação e da pessoa na qual me tornei.

Aos meus irmãos, Franciellen, Camila e Umberto e minhas tias, Vanda e Claudete.

À UTFPR Câmpus Cornélio Procópio, a qual, desde o ensino médio-técnico, tem me proporcionado a oportunidade de usufruir de um ensino de qualidade, e da qual um dia espero poder fazer parte como uma professora.

Ao Professor Dr. Romeu Rony Cavalcante da Costa que, muito além de orientar, me possibilitou o aprendizado de conhecimentos que levarei por toda a vida.

À Professora Dr.^a Sandra Mara Domiciano por todo o auxílio à escrita deste trabalho.

As minhas amigas, Mayra Modos e Karoline Leite que estiveram presente durante a execução de todo o trabalho, contribuindo juntamente com a Iniciação científica de ambas.

Ao Douglas Scarameli, Ritiery Sezefredo, Orides Danilo Lotto e Wanderlei Malaquias, Eduardo Shoiti Sato por toda a ajuda que puderam oferecer, colaborando para a conclusão deste trabalho.

À UDESC Câmpus Joinville, principalmente ao professor Ricardo de Medeiros, pela oportunidade em utilizar o laboratório de microscopia eletrônica de varredura.

À USP Câmpus São Carlos, pela disponibilidade em utilizar o laboratório de ensaio mecânicos do Grupo de Estruturas Aeronáuticas, do professor Volnei Tita.

À CAPES pela bolsa de estudos concedida durante o desenvolvimento deste trabalho.

À KEHL – Indústria e Comércio Ltda – ME, que forneceu a poliuretana utilizada na pesquisa.

A Raw Materials que cedeu a Alumina Tri-hidratada.

A Fábrica de Toalhas São Carlos, que forneceu os tecidos de fibra de algodão aplicados no compósito em estudo, na pessoa do André Camargo.

RESUMO

DA SILVA, Amanda Albertin Xavier. **Comportamento mecânico e de inflamabilidade do compósito de poliuretana derivada de óleos vegetais (PU) reforçado com fibra de algodão e alumina tri-hidratada**. 2017. 138 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Cornélio Procópio, 2018.

O presente trabalho consiste na avaliação do comportamento mecânico e de inflamabilidade do compósito laminado de poliuretana derivada de uma blenda de óleos vegetais (PU) com reforço em tecido de fibra de algodão (FA) e aditivado com Alumina Tri-hidratada (ATH), como retardante de chamas. O processo de fabricação utilizado para a obtenção do compósito é o de bolsa a vácuo. Corpos de provas do compósito com diferentes orientações das fibras (de 0° , $\pm 45^\circ$, 90°) foram produzidos. Para efeito de comparação e estudo, todos os materiais foram caracterizados separadamente, sendo eles, a PU pura, PU com adição de 10%, 20% e 30% de ATH, o compósito de PU reforçado com FA (PU+7FA) e o compósito PU reforçado com FA e aditivado com ATH (PU+30%ATH+7FA). Os comportamentos mecânicos destes foram avaliados segundo os ensaios de tração e flexão. Com adição de ATH na poliuretana houve uma redução na resistência à tração e a flexão, um aumento no módulo de elasticidade e no módulo de flexão e uma redução no coeficiente de Poisson, proporcional a quantidade de alumina tri-hidratada que foi aplicada, 10%, 20% e 30% da massa total, quanto maior a quantidade de ATH mais frágil e rígida a PU se torna. O compósito de PU reforçado com FA (PU+7FA- 0°) apresentou um crescimento considerável na máxima tensão média suportada a tração (79 MPa), o módulo de elasticidade (3,7 GPa) foi praticamente o dobro em relação a PU pura (40 MPa e 1,7 GPa). A carga máxima suportada a flexão do compósito de PU+7FA- 0° (48,379 MPa e 1,530 GPa) exibiu um valor reduzido em relação a apresentada pela PU pura (57,903 MPa e 1,530 GPa). Para os compósitos de PU+30%ATH+7FA com orientação a 0° , a tensão máxima à tração foi de 60 MPa e o módulo de elasticidade (4,7 GPa) foi praticamente o dobro em relação a PU+30%ATH (2,6 GPa), matriz utilizada para a fabricação deste compósito. A resistência a flexão do laminado de PU+30%ATH+7FA- 0° (64,450 MPa) foi aumentada comparada com a matriz aplicada no mesmo, PU+30%ATH (48,734 MPa), diferente do compósito de PU+7FA- 0° . Para as amostras com fibras orientadas a $\pm 45^\circ$, o compósito de PU+7FA exibiu um módulo transversal de 0,888 GPa e a máxima tensão cisalhante de 16,399 MPa e para o compósito de PU+30%ATH+7FA foi de 0,902 GPa e 9,233 MPa, respectivamente. Em relação aos ensaios de inflamabilidade vertical e horizontal, nenhum dos materiais ensaiados puderam ser classificados como auto extingüível, porém a ATH foi eficiente na redução da velocidade de propagação das chamas. A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) possibilitou avaliar a interface fibra-matriz dos compósitos, quando se adicionou a ATH no compósito, houve uma queda na qualidade da interface fibra-matriz, presença de vazios e maiores ocorrências de *pull out*, o que explica, além de uma menor fração volumétrica de reforço exibida, queda na resistência mecânica a tração nos compósitos de PU+30%ATH+7FA.

Palavras-chave: Compósito polimérico; Poliuretana; Fibras de algodão; Alumina tri-hidratada; Caracterização mecânica.

ABSTRACT

DA SILVA, Amanda Albertin Xavier. **Mechanical and flammability behavior of polyurethane composite derived from vegetable oils (PU) reinforced with cotton fiber and alumina trihydrate.** 2017. 138 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Cornélio Procópio, 2017.

The present work consists in the evaluation of the mechanical and flammability behavior of the laminate composite of polyurethane derived from a blend of vegetable oils (PU) reinforced with cotton fiber fabric (CF) and with the addition of Alumina Trihydrate (ATH), as flame retardant. The manufacturing process used to obtain the composite is the vacuum bag. Composite specimens with different orientations of the fibers (from 0° , $\pm 45^\circ$, 90°) were produced. For the purpose of comparison and study, all materials were characterized separately, being pure PU, PU with addition of 10%, 20% and 30% of ATH, composite of PU reinforced with CF (PU+7CF) and composite of PU reinforced with CF and with ATH (PU+30%ATH+7CF). The mechanical behavior of these was evaluated according to tensile and flexure tests. With addition of ATH in the polyurethane there was a reduction in tensile and flexural strength, an increase in the modulus of elasticity and in the flexural modulus and a reduction in the Poisson ratio, proportional to the amount of alumina trihydrate that was applied, 10%, 20% and 30% of the total mass, the higher the amount of ATH more fragile and rigid the PU becomes. The composite of PU reinforced with CF (PU+7CF- 0°) exhibited considerable growth at the maximum tensile strength (79 MPa), modulus of elasticity (3.7 GPa) was practically double that of pure PU (40 MPa and 1.7 GPa). The maximum flexural load of the composite of PU+7CF- 0° (48.379 MPa and 1.530 GPa) exhibited a reduced value compared to pure PU (57.903 MPa and 1.530 GPa). For the composites of PU+30%ATH+7CF with orientation at 0° , the maximum tensile stress was 60 MPa and the modulus of elasticity (4.7 GPa) was practically double in relation to PU+30%ATH (2.6 GPa), matrix used for the manufacture of this composite. The flexural strength of the PU+30%ATH+7CF- 0° (64.450 MPa) laminate was increased compared to the matrix applied therein, PU+30%ATH (48.734 MPa), different from the PU+7CF- 0° composite. For samples with fibers oriented at $\pm 45^\circ$, the composite of PU+7FA exhibited a shear modulus of 0.888 GPa and the maximum shear stress of 16.399 MPa and for the composite of PU+30%ATH+7CF was 0.902 GPa and 9.233 MPa, respectively. In relation to the vertical and horizontal flammability tests, none of the tested materials could be classified as self-extinguishable, but the ATH was efficient in reducing the speed of flame propagation. The Scanning Electron Microscopy (SEM) made it possible to evaluate the fiber-matrix interface of the composites, when ATH was added to the composite, there was a decrease in the fiber-matrix interface quality, presence of voids and larger occurrences of pull out, which explains, besides a smaller volumetric fraction of reinforcement exhibited, decrease in tensile strength in the composites of PU+30%ATH+7CF.

Keywords: Polymeric Composite; Polyurethane; Cotton fibers; Alumina trihydrate; Mechanical Characterization.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1 – Componentes de um carro genérico, feitos com compósito de fibra natural..... | 19 |
| Figura 2 – Esquema dos procedimentos que serão realizados ao longo do trabalho para a caracterização final do compósito natural em estudo. | 21 |
| Figura 3 – Corpo de prova fraturado do biocompósito de poliéster reforçados por fibra da folha de licuri com presença de <i>pull-out</i> | 27 |
| Figura 4 – Processo manual (hand lay-up)..... | 32 |
| Figura 5 – Processo manual por <i>spray</i> | 33 |
| Figura 6 – Esboço do processo de moldagem por membrana á vácuo. | 34 |
| Figura 7– Esboço dos principais itens do processo de moldagem por membrana á pressão. | 34 |
| Figura 8 – Esboço dos principais itens no processo de moldagem em autoclave. ... | 35 |
| Figura 9 – Materiais transversalmente isotrópicos. | 37 |
| Figura 10 – Esquema representativo das abordagens micromecânica e macromecânica..... | 37 |
| Figura 11 – Tipos comuns de tecidos; (a) tecido, (b) malha e (c) não-tecido..... | 38 |
| Figura 12 – Estrutura de Tecidos; (a-c) Tecidos 2D, (d) Tecido 3D, (e, f) Tecido trançado, (g e h) tecido de malha e (i) tecido multiaxial de malha-urdidura. | 39 |
| Figura 13 – Tecido de Fibra de algodão..... | 39 |
| Figura 14 – Diferença entre placa isotrópica e ortotrópica. | 41 |
| Figura 15 – Definição de deformação de cisalhamento..... | 43 |
| Figura 16 – Esquema dos processos de fabricação. | 51 |
| Figura 17 – Corte das lâminas de FA..... | 53 |
| Figura 18 – Delimitação e lubrificação da área de moldagem. | 53 |
| Figura 19 – Primeira camada de Peel Ply. | 54 |
| Figura 20 – Fixação da conexão T e do espiral..... | 54 |
| Figura 21 – PU vertida na primeira camada de Peel Ply e posicionamento das primeiras lâminas de FA. | 55 |
| Figura 22 – PU vertida e espalhada na primeira metade das lâminas de FA. | 55 |
| Figura 23 – Posicionamento da segunda metade das lâminas de FA e PU vertida acima das mesmas. | 56 |
| Figura 24 – Posicionamento da segunda camada de Peel Ply..... | 56 |

| | |
|---|----|
| Figura 25 – Posicionamento da tela distribuidora de resina. | 57 |
| Figura 26 – Vedação da bolsa de vácuo. | 57 |
| Figura 27 – Acionamento da bomba de vácuo. | 58 |
| Figura 28 – Configuração do compósito laminado fabricado, com 7 lâminas, alternando as direções entre 0° e 90°. | 59 |
| Figura 29 – Dimensões do corpo de prova de tração (mm). | 60 |
| Figura 30 – Curva de tensão-deformação de tração e região de módulo linear. | 63 |
| Figura 31 – Definição do Eixo do CDP e do Material. | 64 |
| Figura 32 – Exemplo do cálculo do módulo de cisalhamento linear. | 66 |
| Figura 33 – Ensaio de flexão de 3 pontos, representação da placa ensaiada e do suporte. | 67 |
| Figura 34 - Modo correto de aproximação do Bico de Bunsen | 70 |
| Figura 35- Posicionamento e distâncias dos elementos para a realização do ensaio de inflamabilidade vertical | 71 |
| Figura 36 - Inclinação correta do queimador. | 71 |
| Figura 37 - Vista lateral do ensaio de inflamabilidade horizontal. | 73 |
| Figura 38 - Vista frontal do ensaio de inflamabilidade horizontal. | 74 |
| Figura 39 - Corpos de prova após a realização do ensaio de inflamabilidade na vertical. | 82 |
| Figura 40 - Corpos de prova após o ensaio de inflamabilidade na horizontal | 86 |
| Figura 41 – Descolamento da Camada de tinta durante o ensaio de tração. | 88 |
| Figura 42 – a) Curva tensão-deformação do CDP1 de PU pura, b) CDP2 de PU pura, c) CDP3 de PU pura, d) CDP4 de PU pura, e) Curva tensão-deformação dos CDP's de PU pura e f) Curva Deformação Transversal-Deformação Longitudinal para cálculo do coeficiente de Poisson. | 89 |
| Figura 43 – a) Curva tensão-deformação dos CDP's de PU+10%ATH. b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal. | 90 |
| Figura 44 – a) Curva tensão-deformação dos CDP's de PU+20%ATH. b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal. | 91 |
| Figura 45 – a) Curva tensão-deformação dos CDP's de PU+20%ATH. b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal. | 92 |
| Figura 46 – Corpo de prova fraturado da PU+30%ATH. | 93 |

| | |
|--|-----|
| Figura 47 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU+7FA orientadas a 0° dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's..... | 94 |
| Figura 48 – Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU com 7 lâminas de FA orientadas a 0° dos corpos de prova (CDP's). | 95 |
| Figura 49 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU+7FA a $\pm 45^\circ$ e b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU+7FA a $\pm 45^\circ$ | 96 |
| Figura 50 – Curvas de Tensão Cisalhante-Deformação de cisalhamento do compósito de PU+7FA a $\pm 45^\circ$ dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's. Fonte: Autoria própria. | 97 |
| Figura 51 – Corpo de prova fraturado do compósito de PU+7FA com orientação a $\pm 45^\circ$ | 97 |
| Figura 52 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU+7FA orientadas a 90° dos corpos de prova. e b) Coeficiente de Poisson do compósito de PU+7FA orientadas a 90° dos corpos de prova. | 98 |
| Figura 53 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU+30%ATH+7FA com orientação a 0° dos corpos de prova a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's..... | 101 |
| Figura 54 – Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU+30%ATH+7FA com orientação a 0° dos CDP's..... | 101 |
| Figura 55 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU+30%ATH+7FA a $\pm 45^\circ$ e b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU+30%ATH+7FA a $\pm 45^\circ$ | 102 |
| Figura 56 – Curvas de Tensão Cisalhante-Deformação de cisalhamento do compósito de PU+7FA a $\pm 45^\circ$ dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's. Fonte: Autoria própria. | 103 |
| Figura 57 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU aditivada com 30% ATH com 7 lâminas de FA orientadas a 90° dos corpos de prova. e b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU com 30% de ATH reforçado 7 lâminas de FA orientadas a 90° dos corpos de prova. | 104 |
| Figura 58 – Processo de CID. | 106 |

| | |
|--|-----|
| Figura 59 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação da PU pura dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's. | 107 |
| Figura 60 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação da PU+10%ATH dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's. | 108 |
| Figura 61 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação da PU+20%ATH dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's. | 109 |
| Figura 62 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação da PU+30%ATH dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's. | 110 |
| Figura 63 – Processo de CID sem reconhecimento da área e do ponto..... | 111 |
| Figura 64 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação do compósito de PU+7FA-0° dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's e PU pura. | 112 |
| Figura 65 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação do compósito de a) PU+7FA-45° e b) PU+7FA-90°. | 113 |
| Figura 66 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação do compósito de PU+30%ATH+7FA-0° dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's. | 115 |
| Figura 67 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação do compósito de a) PU+30%ATH+7FA-45° e b) PU+30%ATH+7FA-90°. | 116 |
| Figura 68 – MEV da fratura do compósito de PU+7FA0°, com aumento de 1200X. | 120 |
| Figura 69 – MEV da fratura do compósito de PU+7FA0°, com aumento de 350X e com presença de <i>pull out</i> | 120 |
| Figura 70 – MEV da fratura do compósito de PU+7FA0°, com aumento de 1200X. | 121 |
| Figura 71 – MEV da fratura do compósito de PU+7FA0°, com aumento de 750X. | 121 |
| Figura 72 - MEV da fratura do compósito de PU+7FA±45°, com aumento de 750X. | 122 |
| Figura 73 - MEV da fratura do compósito de PU+7FA±45°, com aumento de 750X. | 122 |
| Figura 74 - MEV da fratura do compósito de PU+7FA±90°, com aumento de 750X. | 123 |
| Figura 75 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA0°, com aumento de 100X. | 124 |

| | |
|---|-----|
| Figura 76 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA0°, com aumento de 350X. | 124 |
| Figura 77 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA0°, com aumento de 1200X. | 125 |
| Figura 78 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA±45°, com aumento de 350X. | 125 |
| Figura 79 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA±45°, com aumento de 350X. | 126 |
| Figura 80 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA±45°, com aumento de 350X. | 126 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|-----|
| Tabela 1 – Comparação entre fibras naturais e de vidro. | 26 |
| Tabela 2 – Propriedades mecânicas obtidas por ensaio de tração em função do tipo de compósito e do ângulo de teste..... | 29 |
| Tabela 3 – Geometria Recomendada dos corpos de prova de tração..... | 61 |
| Tabela 4 – Critérios de avaliação do teste de queima vertical..... | 72 |
| Tabela 5 – Valores percentuais de frações volumétricas de fibra de carbono e matriz em material compósito, obtidos a partir de quatro metodologias diferentes. | 78 |
| Tabela 6 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical da PU pura..... | 80 |
| Tabela 7 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical da PU + 10% ATH..... | 80 |
| Tabela 8 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical da PU + 20% ATH..... | 80 |
| Tabela 9 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical da PU + 30% de ATH..... | 81 |
| Tabela 10 - Média e desvio padrão dos ensaios de inflamabilidade na vertical. | 81 |
| Tabela 11 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical do compósito de PU+7FA. | 82 |
| Tabela 12 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical do compósito de PU+30%ATH+7FA..... | 83 |
| Tabela 13 - Média e desvio padrão dos ensaios de inflamabilidade na vertical. | 83 |
| Tabela 14 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal da PU PURA..... | 84 |
| Tabela 15 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal da PU + 10% de ATH... 84 | 84 |
| Tabela 16 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal da PU + 20% de ATH... 84 | 84 |
| Tabela 17 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal da PU + 30% de ATH... 85 | 85 |
| Tabela 18 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal do compósito de PU+7FA. | 86 |
| Tabela 19 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal do compósito de PU+30%ATH+7FA..... | 86 |
| Tabela 20 - Média e desvio padrão das velocidades de queima no ensaio horizontal. | 87 |
| Tabela 21 – Propriedades mecânicas de resinas reforçadas com tecidos de fibras naturais..... | 99 |
| Tabela 24 – Propriedades de Tração dos materiais ensaiados e estudados. | 105 |
| Tabela 25 – Propriedades de Flexão dos materiais ensaiados e estudados. | 117 |
| Tabela 22 – Frações volumétricas e mássicas do compósito de PU+7FA. | 118 |

| | |
|---|-----|
| Tabela 23 – Frações volumétricas e mássicas do compósito de PU+30%ATH+7FA. | 119 |
|---|-----|

SUMÁRIO

| | |
|---|----|
| 1 INTRODUÇÃO | 18 |
| 2 JUSTIFICATIVA | 20 |
| 3 OBJETIVOS..... | 21 |
| 3.1 OBJETIVO GERAL..... | 21 |
| 3.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS..... | 21 |
| 4 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA..... | 23 |
| 4.1 POLÍMEROS | 23 |
| 4.2 APLICAÇÕES DA POLIURETANA | 23 |
| 4.3 COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRA DE ALGODÃO | 26 |
| 4.4 COMPÓSITOS COM RETARDANTES DE CHAMA | 29 |
| 4.5 MÉTODOS DE FABRICAÇÃO COMPÓSITOS LAMINADOS..... | 30 |
| 4.5.1 Processo Manual (hand lay-up)..... | 31 |
| 4.5.2 Processo Manual por spray (spray-up)..... | 33 |
| 4.5.3 Moldagem por membrana (processo à vácuo) | 33 |
| 4.6 COMPÓSITOS LAMINADOS | 35 |
| 4.6.1 Tipos de Tecidos..... | 38 |
| 4.6.2 Mecânica de Laminados Reforçados com Fibras Contínuas | 40 |
| 4.8 RETARDANTES DE CHAMA..... | 43 |
| 4.8.1 Hidróxido de Alumínio (Al(OH) ₃) ou Alumina Tri Hidratada (ATH) | 45 |
| 4.8.2 Boratos | 46 |
| 4.8.3 Fosfatos | 46 |
| 4.8.4 Halogenados..... | 47 |
| 4.8.5 Hidróxido de Magnésio..... | 48 |
| 4.8.6 Justificativa de escolha da ATH | 48 |
| 5 MATERIAIS E MÉTODOS | 50 |
| 5.1 METODOLOGIA DE FABRICAÇÃO | 50 |
| 5.1.1 Poliuretana derivada de óleos vegetais. (PU pura)..... | 51 |
| 5.1.2 Poliuretana aditivada com Alumina Tri-hidratada (PU + ATH) | 52 |
| 5.1.3 Compósito de PU reforçado com tecido de Fibra de Algodão (PU + FA).. | 52 |

| | |
|---|-----|
| 5.1.4 Compósito de PU aditivado com ATH reforçado com tecido de Fibra de Algodão (PU + FA + ATH)..... | 59 |
| 5.2 ENSAIOS MECÂNICOS..... | 60 |
| 5.2.1 Ensaio de tração | 60 |
| 5.2.2 Ensaio de flexão..... | 66 |
| 5.3 ENSAIOS DE INFLAMABILIDADE | 68 |
| 5.3.1 Ensaio de Inflamabilidade Vertical | 69 |
| 5.3.2 Ensaio de Inflamabilidade horizontal | 73 |
| 5.4 FRAÇÕES VOLUMÉTRICAS DE FIBRA E MATRIZ..... | 75 |
| 7 RESULTADOS E DISCUSSÕES | 79 |
| 7.1 ENSAIOS DE INFLAMABILIDADE | 79 |
| 7.1.1 Ensaio de Inflamabilidade Vertical | 79 |
| 7.1.2 Ensaio de Inflamabilidade Horizontal | 84 |
| 7.2 ENSAIOS DE TRAÇÃO..... | 87 |
| 7.2.1 Poliuretana Pura (PU pura) | 88 |
| 7.2.2 Poliuretana aditivada com Alumina Tri-hidratada | 89 |
| 7.2.3 Compósito de Poliuretana reforçada com fibras de algodão (PU+FA)..... | 93 |
| 7.2.4 Compósito de Poliuretana aditivada com ATH e reforçada com fibras de algodão (PU+ATH+FA) | 99 |
| 7.3 ENSAIOS DE FLEXÃO | 105 |
| 7.3.1 Poliuretana Pura (PU pura) | 105 |
| 7.3.2 Poliuretana aditivada com Alumina Tri-hidratada | 107 |
| 7.3.3 Compósito de Poliuretana reforçada com fibras de algodão (PU+FA).... | 110 |
| 7.3.4 Compósito de Poliuretana aditivada com ATH e reforçada com fibras de algodão (PU+ATH+FA) | 114 |
| 7.4 FRAÇÕES VOLUMÉTRICAS DE FIBRA E MATRIZ DO COMPÓSITO DE PU+FA E PU+ATH+FA. | 118 |
| 7.5 ANÁLISES DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA - MEV | 120 |
| 8 CONCLUSÕES | 127 |
| 9 TRABALHOS FUTUROS | 131 |
| REFERÊNCIAS | 132 |

1 INTRODUÇÃO

O emprego de matérias-primas a partir de fontes renováveis, como fibras naturais e polímeros à base de óleos vegetais, para pesquisas envolvendo o uso de polímeros biodegradáveis como substitutos dos polímeros sintéticos convencionais e para fabricação de biocompósitos, apresentou um grande crescimento. A questão principal dessas pesquisas é diminuir os riscos ambientais deixados por polímeros derivados de petróleo e fibras sintéticas (QUIRINO et al., 2015; MACHADO et al., 2010).

Um compósito pode ser considerado um conjunto de dois ou mais materiais diferentes, combinados em escala macroscópica, para funcionarem como uma unidade, visando obter um conjunto de propriedades que nenhum dos componentes individualmente apresenta (MENDONÇA, 2005). Dentre os inúmeros tipos de compósitos existentes, há um destaque evidente para os compósitos poliméricos reforçados com fibras. As fibras naturais recebem especial atenção por apresentarem: baixo custo, baixa densidade, boa resistência mecânica, baixa abrasividade aos equipamentos de processo e também por serem provenientes de fontes renováveis de matéria-prima. Outro fator importante é que as fibras vegetais são biodegradáveis e não são tóxicas ou poluentes, de modo que o seu descarte não acarreta problemas ambientais (CARVALHO; CAVALCANTI, 2006). Fibras como sisal, coco, juta, rami, folha de abacaxi, algodão, curauá e linho, entre outras, estão entre as usadas como reforço em compósitos.

Nos últimos anos, foram observadas tentativas em reduzir o uso de fibras de vidro, aramida ou carbono (fibras sintéticas) em veículos automotores através do uso de fibras naturais e com isso verificar a possibilidade de aliviar consideravelmente o peso do automóvel, aproveitando a menor densidade e o custo que algumas dessas fibras proporcionam. Nesse sentido, as fibras naturais foram amplamente utilizadas como reforço em compósitos de peças de interiores de veículos comerciais (KORONIS; SILVA; FONTUL; 2013). A Figura 1 apresenta algumas peças produzidas em compósitos com fibras naturais em um veículo genérico.

Visando a aplicação de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais em interiores de veículos de transportes, os mesmos devem apresentar uma determinada segurança quando colocados em situações de incêndio, possibilitando

o tempo necessário para o resgate das vítimas em acidentes. Dessa forma, pesquisas envolvendo o uso de aditivos retardantes de chama em materiais poliméricos e compósitos poliméricos, tendo em vista à redução da propagação da chama ou extinção da mesma, vêm sendo necessárias para possibilitar a utilização desses materiais segundo normas já existentes. Segundo a instrução técnica nº12, de 05 de maio de 2011, que estabelece os requisitos mínimos necessários para a segurança contra incêndio e pânico visando à proteção da vida, atendendo ao previsto Decreto Estadual nº 56.819/11 (Regulamento de Segurança contra incêndio das edificações e áreas de risco do Estado de São Paulo), os assentos de centros esportivos e de exibição devem ser constituídos de material incombustível ou retardante ao fogo, conforme normas técnicas (INSTRUÇÃO TÉCNICA Nº 12, 2011).

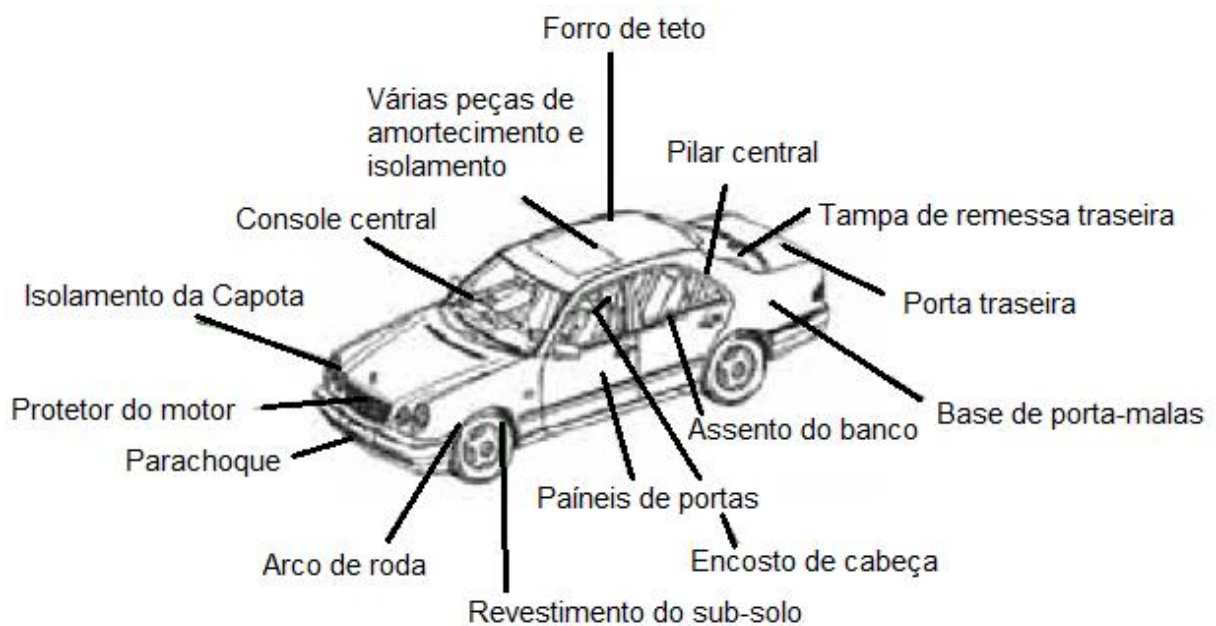


Figura 1 – Componentes de um carro genérico, feitos com compósito de fibra natural.
Fonte: BEGUM; ISLAM, 2013.

Portanto, o principal objetivo desta pesquisa é a caracterização mecânica de um biocompósito de poliuretana derivada de uma blenda de óleos vegetais (PU) reforçado com tecido de fibra de algodão (FA) e aditivado com Alumina Tri-hidratada (ATH), sendo utilizado o ensaio de tração e flexão, e ainda, realizar ensaios de inflamabilidade vertical e horizontal para avaliar o comportamento de extinção de fogo e velocidade de propagação das chamas do compósito em estudo, verificando a eficiência da ATH como retardante de chama nesse material.

2 JUSTIFICATIVA

Há um crescimento global no desenvolvimento de materiais que atendam às tendências de viabilidade econômica, baixos custos e impacto ambiental. Em inúmeros trabalhos têm aparecido com a utilização de fibras naturais atuando como reforço em compósitos com matrizes poliméricas.

Para verificar a possível utilização de materiais compósitos ainda não conhecidos, é necessário caracterizar o material para todo e qualquer tipo aplicação. Por exemplo, para componentes estruturais se exige a caracterização do comportamento mecânico do material, segundo ensaios de tração, compressão, flexão, etc.. No caso de painéis para isolamento (térmico ou acústico), ensaios de dureza superficial. Materiais para impermeabilização necessita-se avaliar sobre a degradação por UV, umidade, desgaste do vento, etc.. Então, para o estudo em questão se faz necessário avaliar as propriedades mecânicas e sobre a propagação e extinção de chamas a fim de obter seu desempenho mecânico e seu comportamento em relação à inflamabilidade.

Diante desse cenário, justifica-se a realização do presente trabalho, pois o mesmo visa contribuir no sentido de avaliar o comportamento mecânico do compósito laminado de PU com reforço em tecido unidirecional de fibra de algodão aditivado com ATH. E também, verificar as características em relação à inflamabilidade do mesmo quando aditivado com Alumina Tri-hidratada para possível aplicação em revestimentos e peças de interiores de aeronaves ou automóveis.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

Caracterizar o comportamento mecânico e de inflamabilidade do compósito polimérico com matriz de Poliuretano derivada de óleos vegetais (PU) reforçada com tecido unidirecional de fibra de algodão (FA) e aditivada com Alumina Tri-hidratada (ATH). A Figura 2 apresenta de forma esquemática os procedimentos que serão efetuados ao longo do trabalho.

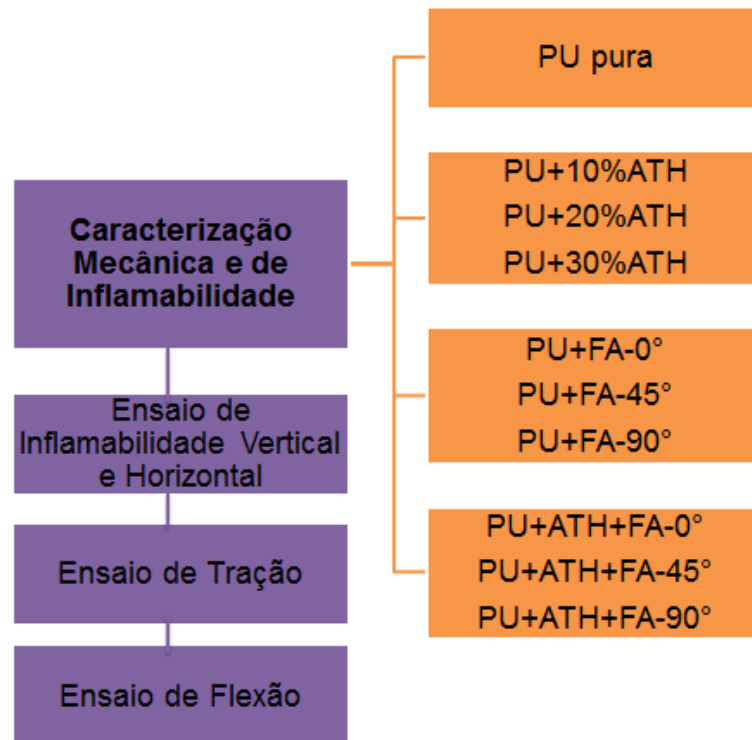


Figura 2 – Esquema dos procedimentos que serão realizados ao longo do trabalho para a caracterização final do compósito natural em estudo.

Fonte: Autoria própria.

3.1 Objetivos específicos

Para desenvolvimento deste trabalho os seguintes objetivos específicos deverão ser alcançados:

- (1) Desenvolver o procedimento de produção de compósito polimérico com matriz de poliuretana e tecido de fibra de algodão;
- (2) Realizar ensaios de inflamabilidade vertical (ASTM D3801 – 10) e horizontal (ASTM D635 – 14), tração (ASTM D638-96) e flexão (ASTM D790-03) da PU pura e da mesma aditivada com diferentes proporções de ATH;
- (3) Definir a fração mássica de Alumina tri-hidratada (ATH) que será usada como retardante de chama ao compósito de PU+ATH+FA;
- (4) Fabricar corpos de prova dos compósitos de PU+FA e PU+ATH+FA com orientações de 0° , $\pm 45^\circ$ e 90° , segundo a Norma ASTM D3039/D3039M – 00;
- (5) Realizar ensaios mecânicos de tração (ASTM D3039 e ASTM D3518) e flexão (ASTM D790-03) quase-estáticos dos corpos-de-prova fabricados em compósito de PU+FA e PU+ATH+FA, para avaliar o comportamento mecânicos dos mesmos;
- (6) Realizar testes de inflamabilidade dos compósitos de PU+FA e PU+ATH+FA, a fim de determinar o comportamento de inflamabilidade quanto a extinção do fogo (teste de inflamabilidade vertical – ASTM D3801 – 10) e velocidade de queima em mm/min (teste de inflamabilidade horizontal – ASTM D635 – 14);
- (7) Definir a fração volumétrica de fibra e matriz segundo a Norma ASTM D3171-15;
- (8) Realizar exames através de MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura), avaliando a qualidade da interface fibra-matriz;

4 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Este capítulo foi dividido em subitens que darão uma melhor visualização do tema da pesquisa em questão. Fundamentando as teorias que abrangem tal pesquisa e buscando referências de trabalhos já publicados.

4.1 Polímeros

O alto uso de polímeros é estimulado pelas mesmas vantagens que estes apresentam na substituição de outros tipos de materiais. O desenvolvimento de estudos referentes a estes materiais vem sendo influenciados pela atual preocupação com questões ambientais e pela poluição causada pelo descarte inadequado dos polímeros derivados do petróleo (TAGUTI, 2015).

Um dos polímeros mais conhecidos, estudados e versátil atualmente é a poliuretana, que pode ser obtida a partir de diversas fontes de matérias-primas renováveis, produzida através de óleos vegetais e também através do petróleo. Existem diversos trabalhos e estudos a respeito da aplicação deste polímero derivado de diversos tipos de matérias-primas como, por exemplo, o óleo de mamona (FERNEDA, 2006; COSTA, 2007), farinha de soja (MU et al., 2011), óleo de amendoim, milho, soja, linhaça (GARRISON; KESSLER; LAROCK, 2014), óleo de canola (KONG; LIU; CURTIS, 2011), óleo de tungue (SILVA et al., 2013).

4.2 Aplicações da Poliuretana

Uma das principais aplicações da poliuretana, que lhe confere o título de objeto de estudo de diversos pesquisadores, é a sua capacidade de se combinar com fibras e cargas naturais e formar compósitos com propriedades e características melhoradas.

Estes compósitos de poliuretana são estudados em forma de filmes, películas, espuma, elastômero e na forma rígida (TAGUTI, 2015).

A poliuretana derivada do óleo de mamona foi estudada por Costa (2007) através de ensaios mecânicos de tração, compressão, flexão (monotônicos e cíclicos) e análise dinâmico-mecânica. O autor comparou os resultados obtidos com modelos de plastificação via MEF e obteve resultados satisfatórios para os ensaios de tração monotônicos, com erro de 0,61% até o limite do *softening*, e de compressão monotônica, com erro de 1,5%.

No trabalho de Pizzatto *et al.* (2009), compósitos de elastômero termoplástico de poliuretano (TPU) foram preparados com diferentes teores de nanoargila (0, 1, 3 e 10% em massa). A caracterização dos compósitos de TPU com argila foi realizada através da microscopia eletrônica de varredura (MEV), da microanálise de energia dispersiva e da difração de raios-X. As propriedades mecânicas foram avaliadas através da resistência à tração e ao rasgamento. O TPU-E (elastômeros termoplásticos de poliuretano obtidos via incorporação por fusão) com 3% de argila apresentou os melhores resultados com aumento nos valores de tensão, alongamento e energia na ruptura (28%, 35% e 88%, respectivamente), quando comparado ao TPU-E puro.

Na pesquisa de Neira (2011), os objetivos principais foram o desenvolvimento e a caracterização do compósito formado pela espuma rígida de poliuretana derivada de óleo de mamona (disponível comercialmente e denominada RESPAN D40®) - e fibras de sisal. As fibras de sisal foram utilizadas na forma de mantas agulhadas com gramatura média de 1150 g/m² e de 1350 g/m². A caracterização do compósito foi realizada através dos seguintes ensaios: condutividade térmica, desempenho térmico, análise termogravimétrica (TG/DTG), resistência mecânica em compressão e em flexão, densidade aparente, porcentagem de absorção de água e avaliação morfológica por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A condutividade térmica dos compósitos aumentou em relação a da espuma pura. A adição das fibras de sisal também diminuiu a resistência à degradação térmica dos compósitos. Houve uma maior perda de massa do compósito na faixa de temperatura entre 200 e 340°C. Nos ensaios de compressão e flexão, os compósitos apresentaram melhores características mecânicas que a espuma rígida de poliuretana. Com um aumento na quantidade de fibras há um aumento na rigidez dos compósitos.

Taguti (2015) estudou o comportamento da PU derivada de óleo de mamona com adição de carbonato de cálcio nas proporções de 0% (polímero puro), 10%,

20% e 30% em massa, baseado em ensaios monotônicos de tração, compressão e flexão. Observou-se que com a adição de 10% de carbonato de cálcio a tensão de escoamento manteve-se praticamente no mesmo nível, porém com a adição em 20 e 30% houve um aumento considerável desta propriedade. Com aumento da concentração de carbonato de cálcio diminuiu o coeficiente de Poisson e aumentou o módulo de elasticidade do material, tornando-o mais rígido.

Silva (2013) apresentou formulações para espumas rígidas de poliuretano (ERPU), partindo-se de reagentes alternativos, de origem não petroquímica. Nas espumas rígidas sintetizadas (a partir de polioliol de óleo de rícino e polioliol de óleo de tungue) foram adicionados reforços inorgânicos oriundos de rejeitos industriais, com o intuito de se estudar aplicações para estes resíduos e na tentativa de contribuir para a diminuição do impacto ambiental causado por eles. Como carga para espumas derivadas do óleo de rícino foi utilizado um pó preto (rejeito P3) que é um rejeito do processo Bayer de produção de alumina, este se mostrou rico em alumina (Al_2O_3) e hidróxido de alumínio ($\text{Al}(\text{OH})_3$), o qual apresenta um grande potencial como retardante de chama para as espumas. Para as espumas derivadas de óleo de tungue, foi utilizada como carga a cinza de casca de arroz (CCA), rico em sílica (SiO_2) e também apresenta um potencial como retardante de chama. Como resultado houve um ganho em propriedades antichamas, por outro lado, não foi observado a mesma situação para as espumas derivadas de óleo de tungue, utilizando-se cinza de casca de arroz como carga inorgânica.

Em estudo sobre o comportamento mecânico de um eco-compósito em estrutura laminada para aplicação como painéis divisórios de ambientes utilizando como matriz poliuretana derivado do óleo de mamona, uma resina comercial de poliéster e um tecido de juta como reforço (obtido de sacarias), Miranda (2007) observou que os compósitos apresentaram bom comportamento mecânico quando submetidos a esforços de tração e impacto, garantindo possível aplicação em divisórias de ambientes.

Com tal cenário é possível verificar a grande capacidade de aplicação da poliuretana, o que atrai cada vez mais a atenção de pesquisadores. Vista como um dos materiais poliméricos mais interessantes, tendo aplicações desde revestimentos, peças aeronáuticas e automobilísticas, em construções, etc.

Além das pesquisas já citadas, este trabalho visa o estudo do compósito laminado em poliuretana derivada de óleos vegetais, fornecida pela empresa

KEHL®, com reforços em fibra de algodão e alumina tri-hidratada, verificando seu comportamento mecânico e de inflamabilidade.

4.3 Compósitos Reforçados com Fibra de Algodão

Compósitos de matrizes poliméricas e fibras de origem vegetal têm sido amplamente pesquisados, sendo investigadas suas características térmicas e mecânicas. A Tabela 1 expressa uma comparação das características das fibras naturais e da fibra de vidro, exibindo propriedades interessantes das fibras naturais, indicando um menor risco ambiental e a possibilidade de diversas aplicações, tais como em painéis de interiores de residências e nos meios de transporte. Na sequência algumas referências foram listadas, expressando seus temas e resultados obtidos.

Tabela 1 – Comparação entre fibras naturais e de vidro.

| | Fibras Naturais (FN) | Fibras de vidro |
|--------------------------------------|-----------------------------|--------------------------|
| Densidade | Baixa | Duas vezes as das FN. |
| Custo | Baixo | Baixo, mas maior que FN. |
| Renovabilidade | Sim | Não |
| Reciclabilidade | Sim | Não |
| Consumo de energia | Baixa | Alto |
| Distribuição | Ampla | Ampla |
| CO₂ neutro | Sim | Não |
| Abrasão nas máquinas | Não | Sim |
| Risco de saúde quando inalado | Não | Sim |
| Disposição | Biodegradável | Não biodegradável |

Fonte: WAMBUA; IVENS; VERPOEST, 2003.

Em trabalho realizado por Sam-Jung *et al.* (2008) foram comparadas as propriedades mecânicas do compósito de polipropileno (PP) com fibras naturais, sendo estas fibras de algodão e fibras de madeira. Com a adição de 10%, 20% e 30% de fibras de algodão picadas os resultados foram os seguintes, com 10% a resistência à tração do compósito diminuiu, enquanto que com as outras proporções a resistência aumentou em virtude do entrelaçamento das fibras de algodão. Para os

compósitos de PP e fibra de madeira, o índice de fluxo de fusão (MeltFlow - MI) de PP também foi encontrado como fator chave que regula as propriedades mecânicas (resistência à flexão e de tração). A utilização de PP-g-MAH (agente compatibilizante) foi útil para aumentar a resistência à tração e flexão do compósito de PP e fibra de algodão e compósitos de PP e fibra de madeira, devido ao aumento da interação entre a fibra e a matriz de PP.

Petrucci *et al.* (2015) utilizou sobras de fibras de algodão de calça jeans como reforço na fabricação de compósito em matriz de polipropileno (PP), utilizando um processo de fabricação por injeção. Os compósitos resultantes foram sujeitos à caracterização morfológica, de tração e de fadiga com níveis de tensão de 50 a 90% da resistência à tração. Os resultados indicaram que moldagem por injeção ofereceu uma uniformidade suficiente de propriedades para o compósito, embora com alguma ocorrência de *pull-out* durante o carregamento. O desempenho de resistência à tração no compósito foi superior ao da matriz pura, sendo proporcional a quantidade de fibras inseridas.

O processo de *pull-out* é quando há um desprendimento da fibra da matriz (Figura 3). Para verificar se há a ocorrência de *pull-out* é feita uma análise visual da fratura do compósito.



Figura 3 – Corpo de prova fraturado do biocompósito de poliéster reforçados por fibra da folha de licuri com presença de *pull-out*.
Fonte: SANTOS et al., 2015.

Alomayri e Low (2013) descrevem a síntese de um compósito geopolimérico reforçado com fibra de algodão e a caracterização de suas propriedades mecânicas. Geopolímeros são materiais de alumino silicato inorgânicos que possuem relativamente boas propriedades mecânicas e estabilidade térmica desejável, mas que exibem um comportamento semelhante a materiais que exibem falhas frágeis. Para melhorar a sua resistência, a aplicação de fibras de algodão como reforço é uma alternativa. Foram avaliados compósitos com a quantidade de fibras de algodão

de 0 (geopolímero puro) a 1,0 %, as características mecânicas dos compósitos geopoliméricos foram investigados em termos de dureza, resistência ao impacto e resistência à compressão. Para um teor de fibras de 0,5% as propriedades mecânicas ideais foram obtidas, apresentando uma maior resistência mecânica.

Em sua pesquisa, Borsoi *et al.* (2011) aplicou fibras de algodão picadas como material de reforço em materiais compósitos poliméricos utilizando o poliestireno como matriz e o poli (estireno-co-anidrido maleico) como agente compatibilizante. Os compósitos foram desenvolvidos em uma extrusora dupla-rosca co-rotacional, precedidos de uma pré-mistura em extrusora mono-rosca e moldados por injeção. Com a adição de 20% de fibra de algodão, as propriedades de resistência à tração e flexão aumentaram, sendo esse efeito intensificado com a presença de agente compatibilizante. Observou-se um aumento da resistência ao impacto com adição do reforço, por outro lado, os compósitos com agente compatibilizante apresentaram resultados inferiores em relação a resistência ao impacto. As micrografias mostram redução no *pull-out* das fibras, devido a uma maior adesão fibra/matriz, com a utilização do agente compatibilizante.

Medeiros *et al.*(2003) estudou o comportamento mecânico em tração de compósitos de resina fenólica reforçados por tecidos híbridos de juta e algodão em função das propriedades dos tecidos e das diferentes orientações das fibras visando aplicação em componentes estruturais leves. Os compósitos foram produzidos por pré-impregnação dos tecidos em solução alcoólica de resina fenólica, secados em estufa a 80°C/1h, prensados a 150°C/2,2 MPa (5 ton)/5 min e pós-curados a 80°C em estufa por 8h. O teor total de fibra foi de 17,3±0,6%, 21,8±1,5%, 25,0±1,4% e 40,5±1,6% para os compósitos 10/1, 10/2, 10/3 e 10/4, respectivamente. Os valores do módulo de elasticidade (E), resistência à tração (σ_t) e alongamento na ruptura (ϵ), calculados a partir das curvas tensão-deformação, encontram-se na Tabela 2.

Tabela 2 – Propriedades mecânicas obtidas por ensaio de tração em função do tipo de compósito e do ângulo de teste.

| Compósito | Θ | E (GPa) | σ_t (MPa) | ϵ (%) |
|-----------|----------|-----------|------------------|----------------|
| 10/1 | 0° | 5,9 ± 0,4 | 34,5 ± 2,8 | 0,8 ± 0,1 |
| | 45° | 4,5 ± 0,4 | 27,9 ± 2,7 | 0,7 ± 0,1 |
| | 90° | 4,5 ± 0,2 | 17,7 ± 1,7 | 0,5 ± 0,0 |
| 10/2 | 0° | 5,8 ± 0,6 | 50,1 ± 7,2 | 1,1 ± 0,2 |
| | 45° | 3,3 ± 0,1 | 23,9 ± 1,3 | 0,9 ± 0,0 |
| | 90° | 3,4 ± 0,1 | 12,8 ± 1,2 | 0,6 ± 0,0 |
| 10/3 | 0° | 7,1 ± 0,3 | 59,4 ± 1,7 | 1,2 ± 0,1 |
| | 45° | 4,6 ± 0,1 | 21,1 ± 1,4 | 0,7 ± 0,1 |
| | 90° | 4,1 ± 0,1 | 14,6 ± 0,5 | 0,6 ± 0,0 |
| 10/4 | 0° | 7,1 ± 0,2 | 58,9 ± 2,2 | 1,1 ± 0,1 |
| | 45° | 4,4 ± 0,1 | 22,1 ± 0,2 | 0,6 ± 0,0 |
| | 90° | 3,9 ± 0,3 | 13,8 ± 0,2 | 0,4 ± 0,0 |

Fonte: (MEDEIROS et al., 2003).

Conforme os dados da Tabela, o comportamento mecânico dos compósitos dependem muito da orientação das fibras e do tipo de tecido usado na produção dos compósitos. Com o aumento do ângulo de teste (0-90°), o módulo de elasticidade e a resistência à tração diminuem.

Em análise por MEV das amostras, as fibras de juta possuem maior adesão com a resina fenólica do que as fibras de algodão.

4.4 Compósitos com Retardantes de Chama

Jeencham, Suppakarn e Jarukumjorn (2014) estudaram a eficiência de retardantes de chama nos compósitos de polipropileno (PP) e sisal. Os retardantes de chamas aplicados foram o polifosfato de amônio (APP), hidróxido de magnésio ($Mg(OH)_2$), borato de zinco (Zb), e uma combinação de APP com $Mg(OH)_2$ e APP com Zb. Foram realizados testes de queima horizontal e vertical. Além disso, anidrido maleico polipropileno (MAPP) foi utilizado como agente compatibilizante para aumentar a compatibilidade do sistema, ou seja, a interação da fibra com PP e do PP com os retardantes de chama. As propriedades térmicas, mecânicas e

morfológicas dos compósitos de PP também foram analisadas. Com a adição dos retardantes de chama resultou na melhoria da retardação da chama e da estabilidade térmica dos compósitos de PP sem declínio das suas propriedades mecânicas. Micrografias dos compósitos PP revelaram boa distribuição de retardadores de chama na matriz de PP e boa aderência entre fibra de sisal e matriz PP.

No trabalho de Vera (2012) há um estudo sobre o comportamento mecânico e de inflamabilidade de estruturas aeronáuticas de interior fabricadas a partir de compósitos reforçados por fibras naturais, especificamente compósitos de resina fenólica com fibras de algodão e de sisal. A aplicação de retardantes de chama foi necessária para que os compósitos reforçados por fibras naturais atendessem aos requisitos de certificação aeronáutica. Com o processo de aditivação resultou em um aumento do módulo de elasticidade à flexão (55% para o compósito de algodão, 16% para o compósito de sisal) e a diminuição da tensão de ruptura à flexão dos compósitos reforçados por fibras naturais analisados (45% para o compósito de algodão, 55% para o compósito de sisal).

Silva (2006) incorporou alumina hidratada e fibras de coco ao polipropileno (PP) reciclado com o objetivo de encontrar propriedades adequadas para aplicação deste compósito com características de resistência à chama e desempenho mecânico. Houve um aumento no módulo de elasticidade dos compósitos em geral, na resistência a tenacidade do compósito de PP com fibra de coco comparada com o PP puro. Alumina hidratada apresentou eficiência como antichama nos compósitos em teste de inflamabilidade, quando aplicada uma quantidade de 50% do peso total..

4.5 Métodos de Fabricação Compósitos Laminados

Existe uma variedade de métodos para a fabricação de materiais compósitos poliméricos termofixos reforçados com fibras. E ainda, a pesquisa e desenvolvimento em busca de novos processos e variações de alguns já existentes continuam a crescer. Os processos de fabricação de compósitos podem ser divididos da seguinte forma (MENDONÇA, 2005):

Processos de Conformação Molhada – a conformação ocorre enquanto o polímero ainda está na forma líquida e o processo de cura ocorre em uma etapa única. Em sequência os processos em conformação molhada.

- Processo manual (*hand lay-up*);
- Bobinamento (*filament winding*);
- Trefilação (*pultrusion*);
- Moldagem por membrana (*bag molding*).

Processos com Preformados (*premixes*) – são adquiridos já previamente preparados, em forma de blocos, fitas ou folhas, e as fibras se encontram já impregnadas com a resina. Abaixo os processos com preformados.

- Premix de bloco – BMC;
- Premix em folha – SMC;
- Prepregs.

Os processos de fabricação que poderá ser utilizado na fabricação dos compósitos em PU e fibra de algodão entram na categoria dos Processos de Conformação Molhada. Sendo que, em outros trabalhos o processo manual já foi utilizado para fabricação de compósitos em PU com reforço em fibra de vidro (COSTA JÚNIOR, 2015). Na sequência serão aprofundados os processos de fabricação mais interessantes para a aplicação no presente trabalho.

4.5.1 Processo Manual (*hand lay-up*)

É composto de camadas de fibras de reforço em forma unidirecional, tecido, manta etc., são colocados manualmente sobre a superfície do molde. O polímero é aplicado sobre cada camada com pincel, *spray* ou espátula. Dessa forma, são formadas camadas de reforço e polímero gradativamente, até a espessura desejada. Primeiramente esta técnica permite apenas moldes abertos, mas na construção de um tanque de fibras, um molde macho seria preparado e sobre ele seria depositado o compósito, obtendo melhor acabamento superficial (MENDONÇA, 2005).

As principais vantagens e características do processo manual segundo Mendonça (2005) são:

- Processo excelente em situações de baixo volume de produção, como na indústria aeronáutica;
- Permite a produção de peças grande de forma contínua (cascos de barcos, carrocerias, piscinas, tanques, etc.);
- Baixo custo inicial;
- O processo possui flexibilidade de projeto, alterando somente o molde;
- Facilidade na construção de painéis-sanduíche.

Como desvantagens:

- Necessidade de muita mão-de-obra;
- Limitada para baixos volumes de produção;
- Tempos de cura altos;
- Qualidade da peça depende diretamente do operador;
- Desperdício pode ser alto.

Na Figura 4 evidencia o processo manual, visualizando as etapas do mesmo.

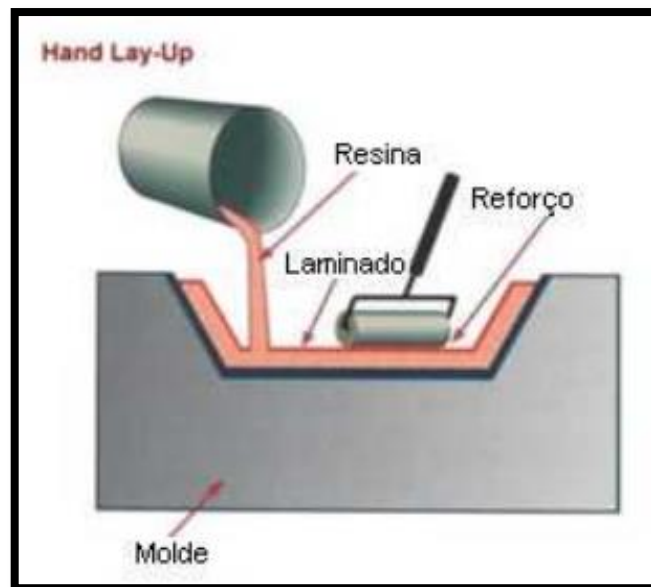


Figura 4 – Processo manual (hand lay-up).
Fonte: Furtado, 2009.

4.5.2 Processo Manual por *spray* (*spray-up*)

Este processo é similar ao processo manual, diferenciando-se basicamente na forma como é colocada cada camada, sendo que para este caso a resina (viscosidade entre 500 e 1000 cP), e a fibra (sob a forma de *roving*, que é picada no comprimento desejado) são aplicados simultaneamente, através de uma pistola de projeção (Figura 5) (FURTADO, 2009).

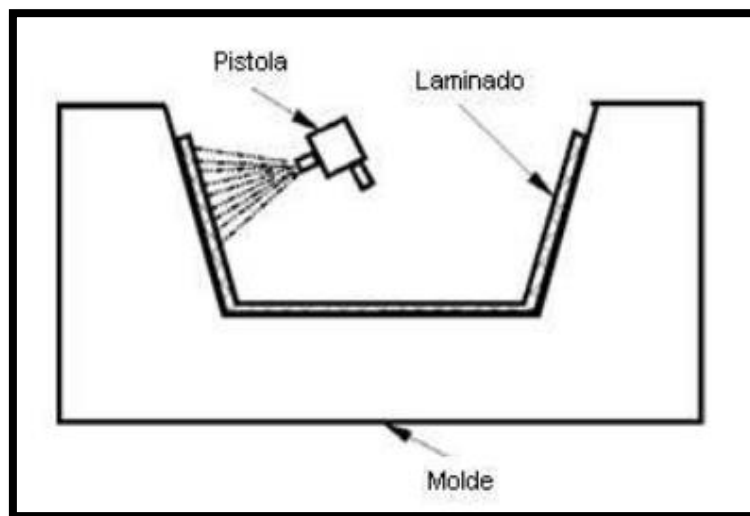


Figura 5 – Processo manual por *spray*.
Fonte: Furtado, 2009.

Alguns cuidados gerais de segurança e higiene do processo devem ser tomados:

- O local de trabalho deve ser ventilado, tendo em vista que vários produtos são voláteis e inflamáveis. A inalação desses produtos pode levar a doenças como leucemia e anemia.
- Fibras em pó ficam suspensas no ar e causam silicose nos pulmões.

4.5.3 Moldagem por membrana (processo à vácuo)

Os processos de moldagem por membrana apresentam um refino do processo manual. Este processo consiste na aplicação de vácuo no interior do molde, permitindo a obtenção de duas superfícies lisas, com quantidades reduzidas de bolhas de ar e porcentagens de fibra até 70%. A resina é injetada a baixa

pressão para o interior do molde, ou alternativamente, a resina e o reforço são introduzidos previamente no molde, que é depois fechado. Estando o molde fechado, aplica-se vácuo no seu interior (FURTADO, 2009). Alguns fatores são conseguidos neste processo segundo o autor Mendonça (2005):

- Melhoria de qualidade da superfície externa;
- Remoção do excesso de resina, no caso de moldagem molhada;
- Expulsão de bolhas de ar;

Os processos à vácuo podem ser divididos em três tipos:

- Moldagem à vácuo, conforme ilustrado pela Figura 6;

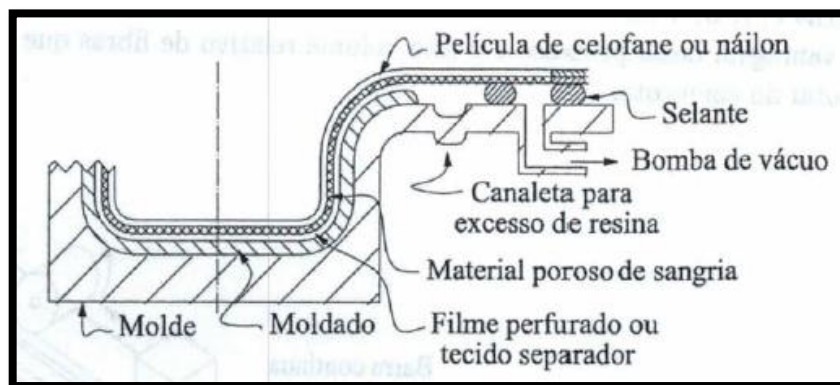


Figura 6 – Esboço do processo de moldagem por membrana à vácuo.
Fonte: Mendonça, 2015.

- Moldagem à pressão, conforme ilustrado pela Figura 7;

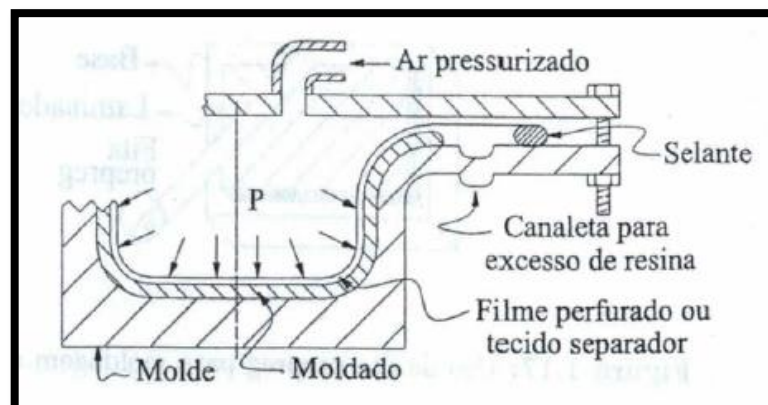


Figura 7– Esboço dos principais itens do processo de moldagem por membrana à pressão.
Fonte: Mendonça, 2015.

- Moldagem em autoclave, conforme ilustrado pela Figura 8.

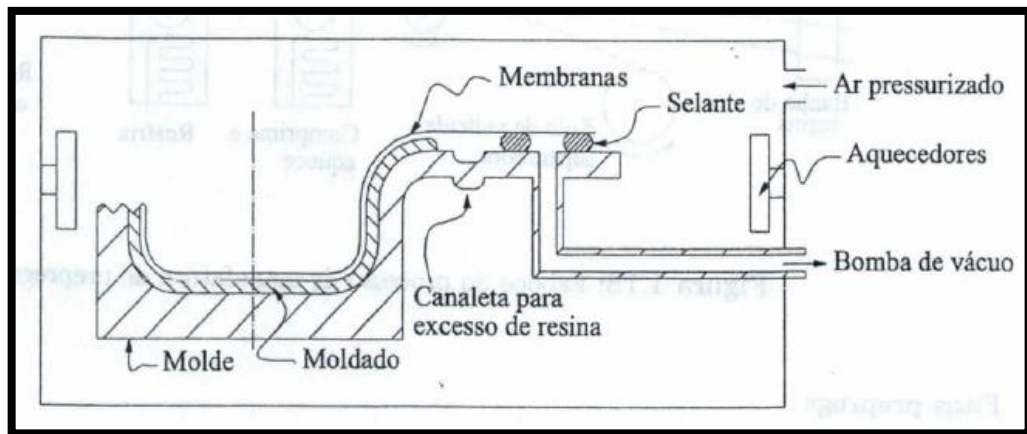


Figura 8 – Esboço dos principais itens no processo de moldagem em autoclave.
Fonte: Mendonça, 2005.

As principais etapas do processo a vácuo segundo Mendonça (2005), são:

- Cobrir o moldado com uma película separadora perfurada, para evitar adesão com as demais;
- Cobrir a película separadora com camadas de material poroso;
- Posicionar uma tira de juta logo após a borda do moldado;
- Cobrir o conjunto com uma película de celofane ou náilon;
- Aplicar o vácuo lentamente;
- Manter o conjunto sobe vácuo até a cura do compósito.

4.6 Compósitos Laminados

Uma lâmina é tida como um componente básico da fabricação de um material compósito laminado, a mesma é uma fina camada do material de reforço (fibras) envolta pela matriz, mais usualmente polimérica, as fibras podem estar orientadas em uma mesma direção (tecido unidirecional), em forma de manta ou dispersas aleatoriamente. Para a obtenção do compósito, as camadas (lâminas) são sobrepostas, seguindo diferentes configurações, de acordo com as propriedades desejadas para o material. Esse processo independe do método de fabricação escolhido, uma vez que todos eles seguem este mesmo princípio de sobreposição (GALLI, 2016).

As propriedades mecânicas dos materiais compósitos estão ligadas com o número de lâminas e pelo ângulo de orientação das fibras. Com o crescente emprego de materiais compósitos na indústria, fez-se necessário a adoção de uma norma para identificação da configuração do compósito. Materiais compósitos com fibras unidirecionais são identificados da seguinte maneira: $[0^\circ]$, quando o número de lâminas (n) utilizado no processo é conhecido, a configuração do material pode ser identificada como: $[0^\circ]_n$, no presente trabalho o número de camadas utilizadas serão 7 (sete), então para representar o compósito com todas as lâminas orientadas a 0° : $[0^\circ]_7$ (ADAMS et al., 2003). Para compósitos com orientação de fibra alternados, chamados de laminados balanceados, por exemplo, sobrepondo as lâminas a 0° e depois a 90° e com a quantidade de 7 lâminas, a representação seria: $[0^\circ/90^\circ/0^\circ/90^\circ/0^\circ/90^\circ/0^\circ]_s$, sendo que o s representa que o compósito é simétrico. Em um compósito simétrico as camadas do laminado são uma imagem de espelho sobre o plano médio geométrico (NETTELS, 1994).

Materiais compósitos reforçados com fibras em uma única direção são considerados transversalmente isotrópicos, isto é, possui um plano que tem as mesmas propriedades mecânicas para qualquer direção no plano. Neste caso, o plano isotrópico será o plano normal à direção de alinhamento das fibras, conforme mostra a Figura 9 (KOOPS, 2013). Porém, mais especificamente, compósitos laminados são muitas vezes considerados ortotrópicos. Segundo Tita (2011), um material ortotrópico possui três planos de simetria ortogonais entre si, apresenta pelo menos um sistema de coordenadas em cada ponto em que as tensões normais provocam apenas deformações normais; as tensões cisalhantes provocam apenas deformações cisalhantes na direção da carga aplicada (MENDONÇA, 2005).

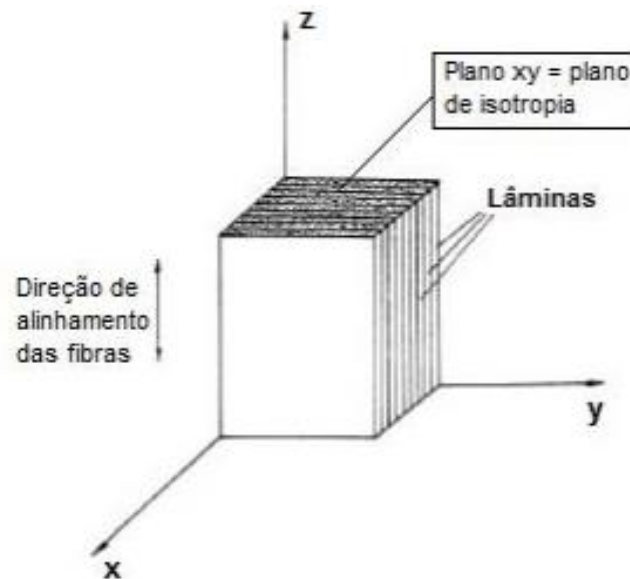


Figura 9 – Materiais transversalmente isotrópicos.
 Fonte: KOOPS, 2013.

O comportamento mecânico de um material compósito pode ser avaliado sob o aspecto da micromecânica e macromecânica. A micromecânica consiste da análise em um nível microscópico, através da qual a partir das propriedades dos componentes estima-se as propriedades de uma lâmina. A macromecânica analisa um material compósito em escala macroscópica, inserindo a configuração do arranjo de lâminas na determinação do comportamento mecânico do material (vide Figura 10) (GALLI, 2016).

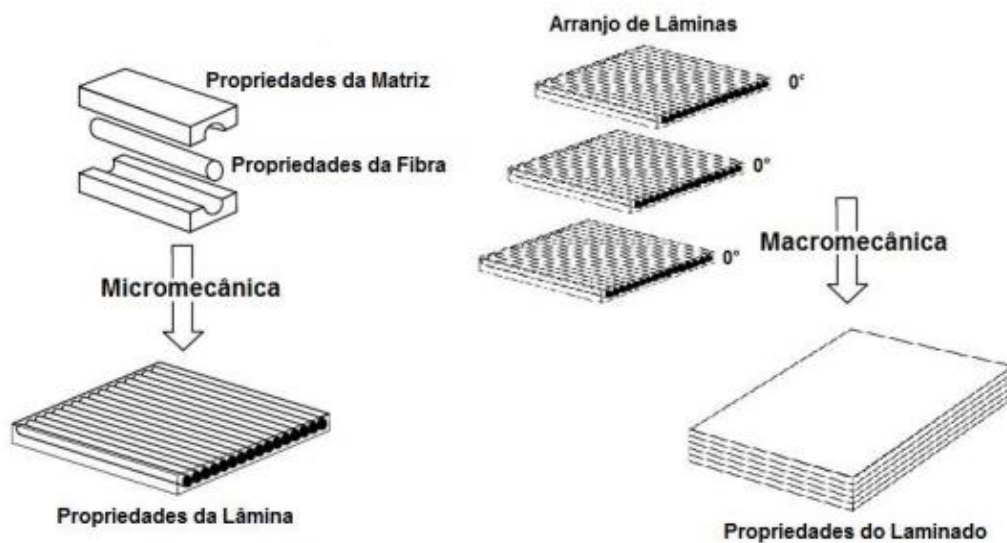
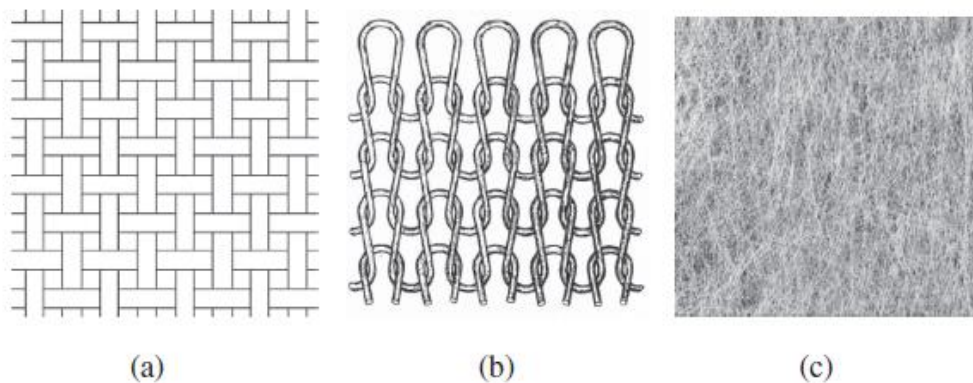


Figura 10 – Esquema representativo das abordagens micromecânica e macromecânica.
 Fonte: (ADAMS et al., 2003).

4.6.1 Tipos de Tecidos

Fibra, fio e tecido são algumas das formas de reforço que são geralmente aplicados a compósitos reforçados com fibras e estas formas têm sido aplicadas desde antes da II Guerra Mundial (SCARDINO, 1989).

Segundo Misnon *et. al.* (2014), um grupo de fibras torcidas ou não são chamados de fio e tem um comprimento substancial e uma seção transversal relativamente pequena. A seguinte transformação de fibras têxteis depois de ser um fio são os tecidos. Existem três tipos comuns de tecido distintos, são os tecidos, as malhas e tecidos não produzidos por tecelagem (tricô e vários processos não-tecidos). Tecidos geralmente consistem em dois conjuntos de fios que são entrelaçados e estão em ângulo reto uns aos outros, o tecido de malha consiste em fios de entrelaçamento ou trama (tricô de trama) ou de urdidura (malha de urdidura) e finalmente, um não-tecido é uma estrutura têxtil produzida pela ligação ou interligação de fibras, ou ambas, realizadas por meios mecânicos, químicos, térmicos ou de solventes e suas combinações (MISNON, et al., 2014). Na Figura 11 estão representados os tipos de tecidos definidos acima.



**Figura 11 – Tipos comuns de tecidos; (a) tecido, (b) malha e (c) não-tecido.
Fonte: Sondhelm WS, 2000.**

Scardino (1989) dividiu as estruturas tecidas ou formas de reforço em quatro categorias e isso inclui sistemas de tecidos simples (2D) e tecidos avançados (3D). Estes tipos de reforços são preferencialmente usados por fabricantes ou pesquisadores porque basicamente eles são de fácil manuseio. A Figura 12 mostra alguns tecidos comuns usados como reforço em compósitos (LOMOV; VERPOEST; ROBITAILLE, 2005).

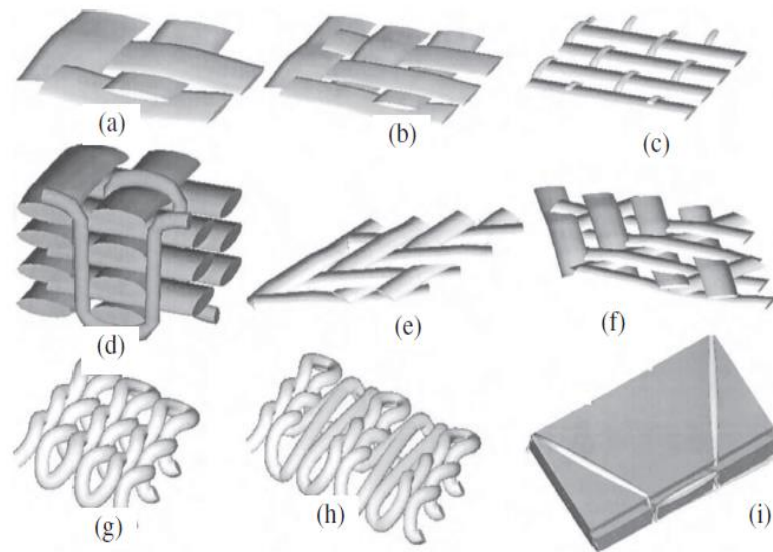


Figura 12 – Estrutura de Tecidos; (a-c) Tecidos 2D, (d) Tecido 3D, (e, f) Tecido trançado, (g e h) tecido de malha e (i) tecido multiaxial de malha-urdidura.
Fonte: (Lomov; Verpoest; Robitaille, 2005).

A capacidade de suporte de carga de compósitos poliméricos reforçados com fibras têxteis naturais é governada pela quantidade, alinhamento e propriedades de dispersão das fibras. Verificou-se que os compósitos reforçados com fibras naturais são limitados para utilização em aplicações de baixa a média carga. (MISNON, et al., 2014). A Figura 13 mostra o Tecido unidirecional de fibras de algodão utilizado como reforço do compósito laminado em estudo, com aparência próximo ao tecido 2D representado na Figura 12 c).



Figura 13 – Tecido de Fibra de algodão.
Fonte: Autoria própria.

4.6.2 Mecânica de Laminados Reforçados com Fibras Contínuas

Há algumas considerações que devem ser feitas para a utilização da análise mecânica descrita na sequência, segundo Nettels (1994), sendo estas:

(1) O material que será examinado é feito com uma ou mais lâminas (camadas), cada lâmina consistindo de fibras que são uniformemente paralelas e contínuas ao longo do material.

(2) O material que será examinado está em um estado de plano de tensão, portanto, as tensões e deformações na direção ao longo da espessura serão ignoradas.

(3) A dimensão da espessura é muito menor que as dimensões do comprimento e largura.

4.6.2.1 Lei de Hooke Generalizada para Materiais Não Isotrópicos

Segundo Tita (2011) e Nettels (1994) para materiais isotrópicos, pelo menos duas constantes elásticas são necessárias para descrever o comportamento tensão-deformação do material. Com referência a esses dois autores será descrita a mecânica por traz de um compósito laminado.

A Figura 14 é um esquema de um material isotrópico e reforçado com fibras unidirecionais e de um material ortotrópico. A rigidez de uma placa isotrópica pode ser descrita por um único valor, o módulo de elasticidade, E , do material. A rigidez de uma placa ortotrópica pode ser descrita por dois valores. Um ao longo da direção longitudinal das fibras, E_L , e um transversal a direção das fibras, E_T . Subscritos 1 e 2 podem ser usados como $E_L=E_1$ e $E_T=E_2$. Desta maneira, esses índices podem ser adicionados nos valores de tensão, deformação e módulo para descrever as direções da força aplicada. Por exemplo, para um material isotrópico, a relação tensão/deformação é escrita pela equação (1).

$$\sigma = E \varepsilon \quad (1)$$

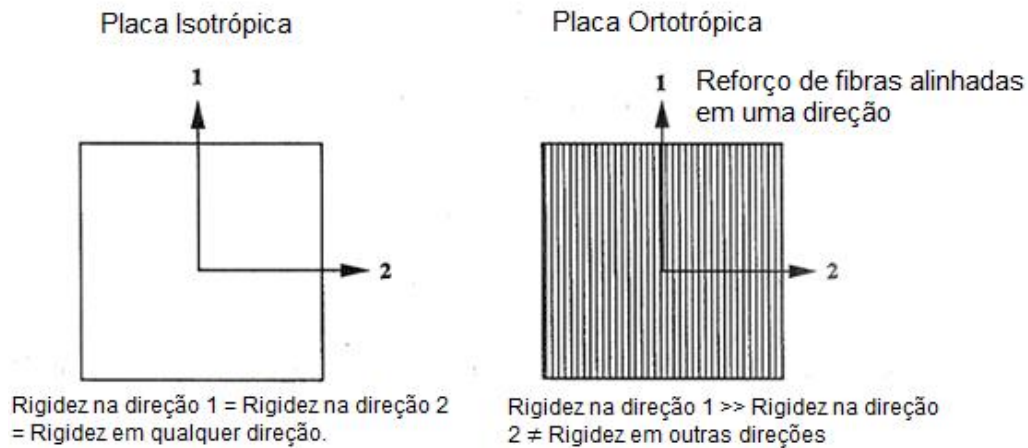


Figura 14 – Diferença entre placa isotrópica e ortotrópica.
Fonte: NETTLES, 1994.

Para um sistema ortotrópico, a direção deve ser especificada. Por exemplo, se o esforço for aplicado na direção 1 (longitudinal as fibras) ou direção 2 (perpendicular as fibras) em relação ao sistema de coordenadas global. Na equação (2) pode ser visto as equações com diferentes direções de aplicação da força:

$$\sigma_1 = E_1 \varepsilon_1 \text{ ou } \sigma_2 = E_2 \varepsilon_2 \quad (2)$$

Se o carregamento aplicado atua paralelo ou perpendicular as fibras, então a placa é considerada particularmente ortotrópica.

4.6.1.2 Tensão e Deformação, Plano de tensão para Placas Particularmente Ortotrópicas.

A seção 4.6.2.1 trata de um tipo extremamente simples de estado de tensão. Em geral, placas irão experimentar tensões em mais de uma direção no plano. Isto é definido como plano de tensão. Ainda, a relação de Poisson agora se torna importante. A relação de Poisson é uma razão da deformação perpendicular à direção do carregamento, com a deformação paralela a direção do carregamento (equação (3)):

$$\text{Relação de Poisson} = \nu_{12} = \frac{\varepsilon_T}{\varepsilon_L} = \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1} \text{ ou } \nu_{21} = \frac{\varepsilon_L}{\varepsilon_T} = \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2} \quad (3)$$

As componentes de deformação, ε_1 e ε_2 , são tracionadas devido à força aplicada, menos a contração do efeito de Poisson devido a outra força perpendicular a esta força aplicada. Portanto, conforme equação (4a):

$$\varepsilon_1 = \frac{\sigma_1}{E_1} - \nu_{21}\varepsilon_2 \quad e \quad \varepsilon_2 = \frac{\sigma_2}{E_2} - \nu_{12}\varepsilon_1 \quad (4a)$$

Usando a equação (2), chegamos a equação (4b):

$$\varepsilon_1 = \frac{\sigma_1}{E_1} - \nu_{21}\frac{\sigma_2}{E_2} \quad e \quad \varepsilon_2 = \frac{\sigma_2}{E_2} - \nu_{12}\frac{\sigma_1}{E_1} \quad (4b)$$

Forças de cisalhamento também estão presentes. Tensão cisalhante e deformação cisalhante pela constante chamada de Módulo de cisalhamento e é normalmente denotado por G . Logo, pela equação (5):

$$\tau_{12} = \gamma_{12}G_{12} \quad (5)$$

Onde τ_{12} é a tensão de cisalhamento (o índice 1 e 2 indicando cisalhamento no plano 1-2), e γ_{12} é a deformação de cisalhamento. Figura 15 mostra a forma de deformação cisalhante.

Desde que seja conhecida a relação existente entre a relação de Poisson e o módulo em cada uma das duas direções dos eixos, isto é (equação (6)):

$$\nu_{21}E_1 = \nu_{12}E_2 \quad (6)$$

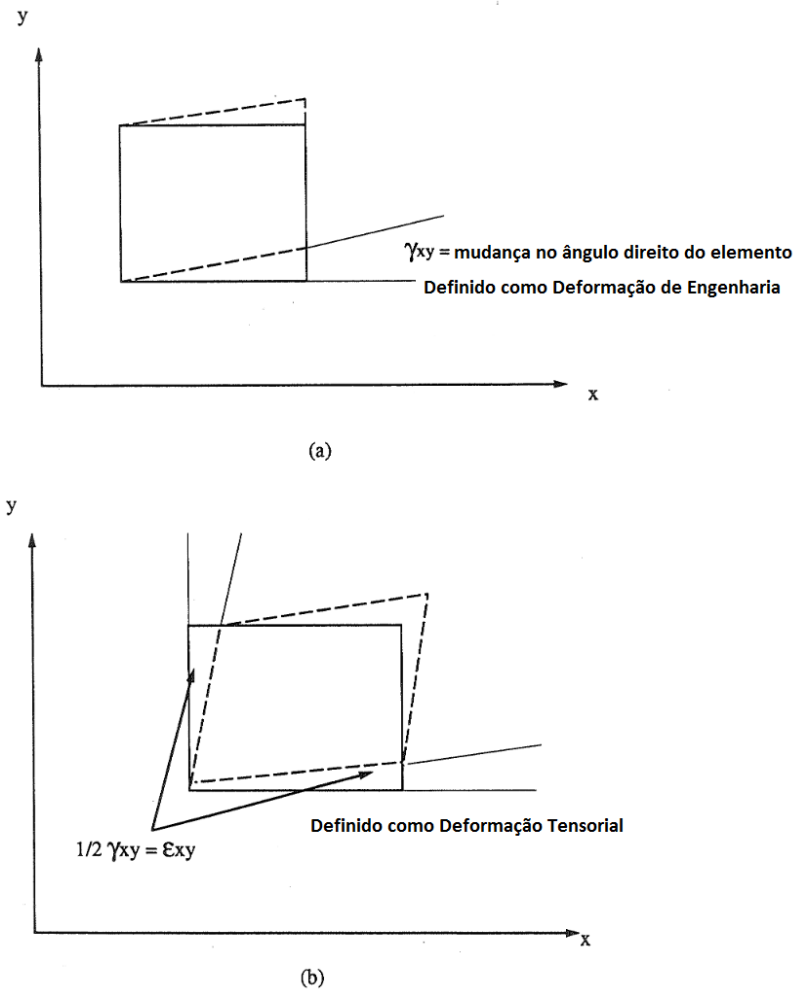


Figura 15 – Definição de deformação de cisalhamento.
Fonte: NETTLES, 1994.

4.8 Retardantes de Chama

Os materiais poliméricos são susceptíveis a combustão e, por essa razão, eleva-se o risco de acidentes em ambientes fechados. Quando estes entram em processo de queima, a combustão ocorre rapidamente e, em muitos casos, não sendo possível realizar salvamentos ou realizar fugas do ambiente (FISCHER E NUNES, 2012). Para tornar os ambientes, onde se empregam materiais poliméricos, mais seguros, há dois procedimentos a seguir: primeiramente faz-se necessária a utilização de normas específicas para aplicações dos materiais plásticos em ambientes fechados, e ainda, a necessidade de pesquisas e desenvolvimentos de materiais que sejam menos inflamáveis, ou seja, polímeros aditivados com

retardantes de chamas, propiciando tempo de fuga do ambiente ou a realização de socorro às vítimas, em caso de acidentes (NUNES, 2010).

Portanto, o presente trabalho visa o emprego de retardantes de chamas para evitar ou adiar a combustão dos materiais poliméricos ou compósitos poliméricos. Existem vários tipos de aditivos retardantes de chama, que agem de diferentes formas, reduzindo a velocidade ou extinguindo a queima do material quando este entra em contato com a fonte de calor, ou provoca a rápida supressão da chama quando a fonte de calor for removida (RABELLO, 2010)

Segundo Gallo (1998), há uma série de maneiras de se reduzir a inflamabilidade dos polímeros, das quais podem ser agrupadas nas seguintes categorias:

- Agentes retardantes de chama reativos – consiste na modificação química dos polímeros, grupamentos químicos são inseridos diretamente nas macromoléculas durante a síntese das mesmas. Estes apresentam vantagens quanto à estabilidade dos sistemas poliméricos resultantes, tornando sua ação mais consistente e duradoura;
- Agentes retardantes de chama aditivos – técnica mais utilizada hoje, a qual incorpora determinadas substâncias durante o processamento dos polímeros. Esta tem as vantagens de não ser diretamente ligada ao processo de manufatura dos polímeros e também em relação aos custos de matéria-prima e de incorporação.
- Revestimentos antichama – aplicação em produtos tais como: tintas, derivados de madeira e outros, contudo é a técnica menos eficiente comparada às anteriores.

Segundo Hull, Witkowski e Hollingbery (2017), a incorporação de materiais não combustíveis nos polímeros reduzirá sua inflamabilidade, diminuindo a quantidade total de combustível, a taxa de difusão de oxigênio e de combustível para a massa polimérica e aumentando a capacidade térmica, a condutividade térmica, a refletividade e a emissividade. Além disso, alguns materiais inorgânicos se decompõem endotermicamente com a libertação de gases ou vapores inertes, aumentando o efeito de retardância de chama. Na prática, a maioria dos materiais adequados são carbonatos ou hidróxidos do grupo II ou III. Eles apresentam três efeitos retardadores de fogo:

- Decomposição endotérmica, absorvendo calor e também mantendo os arredores do polímero mais frio.
- Produção de gases diluentes inertes. Reações de queima requerem uma concentração crítica de radicais livres para se auto sustentar. Se esta concentração cai suficientemente, por exemplo, pela liberação de água ou dióxido de carbono, a extinção da chama irá ocorrer.
- Formação de uma camada inerte na superfície do polímero em decomposição, protegendo da radiação, e agindo como uma barreira ao oxigênio de reagir com combustível, produtos da queima reagem com a fase gasosa e o calor radiante reage com o polímero.

A seguir serão abordados os principais retardantes de chamas aditivos, por ser os mais utilizados e ser foco de estudo no presente trabalho. Os aditivos retardantes de chama mais utilizados são o Hidróxido de Alumínio (Alumina Tri-hidratada), Boratos, Fosfatos, Halogenados e Hidróxido de Magnésio.

4.8.1 Hidróxido de Alumínio ($\text{Al}(\text{OH})_3$) ou Alumina Tri Hidratada (ATH)

O hidróxido de alumínio é um dos aditivos com capacidade de retardar chamas mais utilizado (JEON et al.,2017), esse consumo se deve ao baixo custo, além do fato de ser facilmente manuseado e apresentar baixos riscos à saúde humana ou ao meio ambiente (FELIX, 2010).

A Alumina Tri hidratada (ATH) ou hidróxido de alumínio ($\text{Al}(\text{OH})_3$), decompõe-se para forma de alumina (Al_2O_3) com a liberação de água, com uma temperatura próxima a 200°C . Ele se decompõe endotermicamente formando vapor de água, diluindo os radicais na chama, enquanto os resíduos da alumina constrói uma forma de camada protetora (HULL; WITKOWSKI; HOLLINGBERY, 2017).

A Alumina tri-hidratada (ATH) é um retardante de chama muito aplicado devido a sua baixa liberação de fumaça durante a queima e quando comparada com outros aditivos, como os halogenados, apresenta níveis de toxicidade e capacidade corrosiva muito inferior.

Os retardadores de chama minerais, como o hidróxido de alumínio, são muito eficientes na diminuição do risco de incêndio e são amplamente utilizados. No entanto, uma grande quantidade deve ser incorporada para alcançar as propriedades de anti-fogo melhoradas, estes aditivos podem causar defeitos de material, interferindo nas suas propriedades mecânicas (COSTES et al., 2017).

4.8.2 Boratos

Os boratos são utilizados juntos com outros retardantes de chama, pois possuem baixa eficiência quando usados sozinhos. Os tipos mais comuns são o penta-hidrato, o deca-hidrato, o ácido bórico e o borato de zinco. Quando aquecidos formam uma camada na superfície do material, reduzindo o processo de retroalimentação térmica. Usando borato de zinco junto com ATH como aditivo no PVC, há um resultado muito positivo de retardância de chama e na redução de emissão de fumaça (GALLO, 1998).

4.8.3 Fosfatos

Durante o aquecimento os fosfatos sofrem decomposição, como produto há o ácido fosfórico que desidrata o material polimérico gerando uma camada protetora incombustível, semelhante aos boratos. O processo de desidratação libera água e gases não combustíveis, contribuindo para a retardância de chama. Os tipos mais comuns são a tricloroetila e o polifosfato de amônio (GALLO, 1998).

A aplicação de retardantes de chama fosforados como substitutos para retardantes de chama halogenados de uso corrente vem ganhando interesse devido à possibilidade de que estes compostos possam ter um menor impacto ambiental e ser menos prejudicial à saúde humana (RIDDELL et al., 2017).

4.8.4 Halogenados

São compostos carbohalogenados de fórmula geral RX , sendo R um radical orgânico e X um halogênio (flúor, cloro, bromo e iodo), que prejudicam o mecanismo de radicais livres em fase gasosa que dá origem ao processo de queima de materiais poliméricos. Os agentes fluorados e os iodados não apresentam qualquer efeito retardante de chama, os fluorados por possuir ligações muito fortes, as quais não se rompem durante a combustão, e os iodados por apresentarem baixa energia de ligação após a decomposição. Dos halogênios restantes, o Bromo é o que apresenta mais eficiência em retardar o processo de chama (GALLO, 1998).

Os retardantes de chamas halogenados são utilizados desde 1930, apresentam uma tecnologia de baixo custo, atuando na fase de vapor eliminando os radicais livres reativos e liberando radicais halogenados que extinguem as chamas. Alguns destes produtos, provenientes da combustão dos aditivos halogenados, foram comprovadamente ligados ao câncer, problemas reprodutivos e no desenvolvimento do cérebro fetal. E ainda, durante a combustão, induzem um aumento no fumo e gases corrosivos, e são poluentes ambientais persistentes se migrarem para fora da matriz polimérica. Atualmente, estão proibidos três produtos halogenados: éter penta-bromodifenílico, éter octa-bromodifenílico e hexabromociclododecano. (COSTES, 2017)

Portanto, há, no processo de combustão de polímeros aditivados com retardantes de chama halogenados, uma atenção especial aos gases e substâncias tóxicas emitidas junto com a fumaça. Porém, ainda são incorporados em materiais poliméricos devido a sua eficácia, acessibilidade e baixo impacto nas propriedades do polímero aditivado (RIDDELL et al., 2017).

Em vários países os retardantes de chama a base de compostos halogenados foram proibidos por determinações governamentais, um exemplo disso é a diretiva europeia RoHS (*Restrictions of Hazardous Substances*). Onde isso ainda não ocorreu há uma pressão do próprio mercado para substituição desses materiais por outros não-halogenados (RODA, 2014).

4.8.5 Hidróxido de Magnésio

Semelhante a Alumina tri-hidratada, porém apresenta maior temperatura de decomposição (300°C). Utilizado somente quando a temperatura de processamento do polímero for maior que a de decomposição térmica da ATH (acima de 200°C), por apresentar custo elevado. (GALLO, 1998).

Fisher e Nunes (2012) avaliaram a eficiência do hidróxido de magnésio (MDH) extraído da água do mar como retardante de chama no polietileno de alta densidade (PEAD), com proporções de 5% a 50% de MDH.

Somente os CDP's aditivados com 50% de MDH que adquiriram classificação segundo o teste vertical (UL-94), sendo V-0, logo a chama se extinguiu em menos de 10 segundos e não inflamou o algodão devido o gotejamento do polímero durante a queima (FISHER; NUNES, 2012).

4.8.6 Justificativa de escolha da ATH

Como mencionado anteriormente, o compósito em estudo é formado por uma poliuretana derivada de óleos vegetais e de fibra de algodão, todos componentes derivados de recursos naturais e renováveis, apresentando baixo impacto ambiental quando comparado com materiais sintéticos. Como este biocompósito visa a aplicação em componentes de interiores de veículos de transporte há uma atenção especial em relação a seu comportamento quando exposto a chamas, tendo em vista que os materiais poliméricos são muito inflamáveis, justifica-se o uso de aditivos com capacidade de retardância de chama com o intuito de diminuir ou extinguir a propagação das chamas nos mesmo.

Tendo em vista os retardantes de chama apresentados, uma das questões do presente trabalho seria qual o retardante de chama que se adequaria melhor no compósito laminado desenvolvido, em relação à redução de impacto ambiental.

Assim, sobraram dois tipos de aditivos mais utilizados como retardantes de chama, o hidróxido de alumínio (ATH) e o hidróxido de magnésio, os quais apresentam mecanismos semelhantes no processo de redução de chama, tendo

como características distintas o custo e a temperatura de decomposição. A temperatura de degradação da poliuretana derivada de uma blenda de óleos utilizada é de aproximadamente 270°C, logo há a necessidade de adicionar um retardante de chamas que inicie seu processo de extinção e redução de chamas abaixo desta temperatura. Portanto, com o objetivo de reduzir custos, o hidróxido de magnésio possui preço elevado, a temperatura de decomposição ser de 300°C e não apresentar eficiência maior na redução de chama quando comparado com a ATH, então, a melhor opção de aplicação em um biocompósito é a ATH.

5 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo será composto dos processos de fabricação de cada material utilizado nesta pesquisa, dos métodos de ensaios mecânicos e de inflamabilidade aplicados e também dos métodos para calcular as frações volumétricas de fibra e matriz do compósito de PU reforçado com tecido de fibra de algodão aditivado com ATH.

5.1 Metodologia de Fabricação

Para a possível caracterização e comparação dos resultados obtidos com o compósito de PU reforçado com FA e aditivado com ATH é necessário caracterizar os materiais separadamente. Portanto, serão fabricados corpos de provas de PU pura, PU aditivada com ATH com 10%, 20% e 30% da massa total, PU pura reforçada com FA com orientação de 0° , $\pm 45^\circ$ e 90° e finalmente PU aditivada com ATH e reforçada com FA com orientação de 0° , $\pm 45^\circ$ e 90° . Em seguida serão descritos todos os processos de fabricação utilizados para cada tipo de corpo de prova. Na Figura 16 estão descritos na forma de etapas todos os tipos de materiais dos corpos de prova que serão fabricados e depois caracterizados.

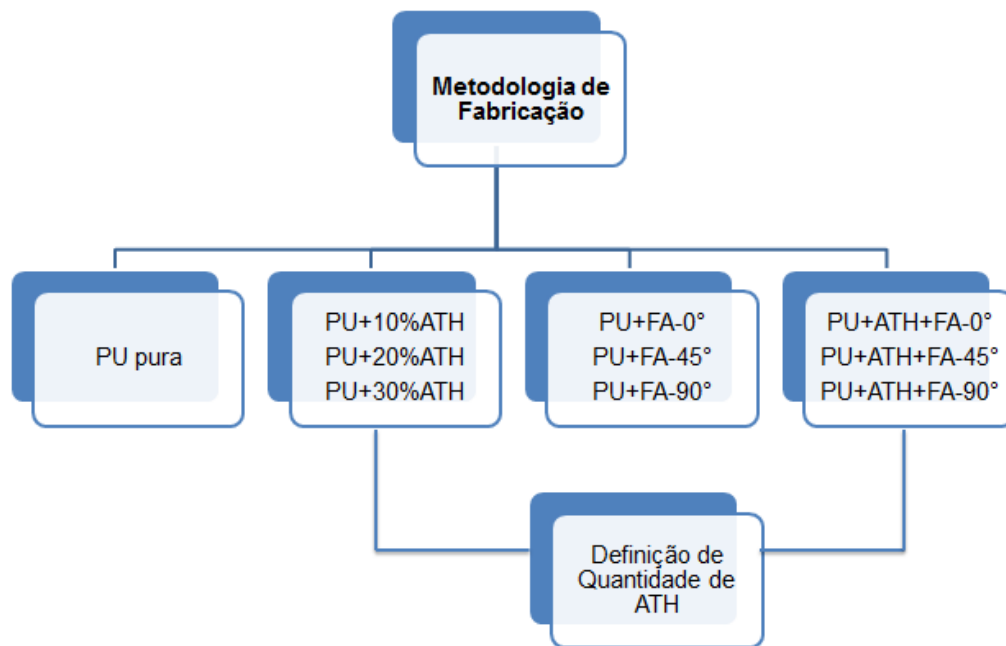


Figura 16 – Esquema dos processos de fabricação.
Fonte: Autoria própria.

5.1.1 Poliuretana derivada de óleos vegetais. (PU pura)

A poliuretana utilizada é obtida através da mistura de dois componentes, polioliol (componente A – AG201) e pré-polímero ou isocianato (componente B – AG201), fornecida pela empresa KEHL. A proporção utilizada dos componentes (polioliol e pré-polímero) é de 1:1 (fornecida pelo fabricante), após a homogeneização manual o polímero é colocado na câmara de vácuo para retirada de vazios, atentando-se com o *potlife* (tempo no qual a resina pode ser manipulável, acima deste a viscosidade fica muito alta), que é de aproximadamente 20 minutos. Após a câmara de vácuo a PU é vertida em moldes de silicone para a obtenção dos corpos de prova em PU pura para posterior caracterização, quanto as suas propriedades mecânicas e de inflamabilidade. A cura do polímero é realizada dentro de um vaso de pressão à 0,4 MPa durante 48 horas.

5.1.2 Poliuretana aditivada com Alumina Tri-hidratada (PU + ATH)

A fabricação baseia-se em duas etapas simples, a ATH, já peneirada, é misturada previamente ao poliol derivado de óleos vegetais, após a homogeneização é adicionado o pré-polímero, a mistura final é colocada em uma câmara de vácuo para retirada do excesso de ar inserido em virtude do processo de homogeneização mecânica. Na sequência, a mesma é vertida em moldes de silicone com o formato dos corpos de prova que serão utilizados nos ensaios de tração, flexão e de inflamabilidade. O processo de cura é feito dentro de um vaso de pressão à 0,4 MPa durante 48 horas. Foi utilizada a proporção de 1:1 para a poliuretana, sendo fabricados corpos de provas com diferentes quantidades de ATH, sendo elas 10%, 20% e 30% da massa total.

5.1.3 Compósito de PU reforçado com tecido de Fibra de Algodão (PU + 7FA)

O método de fabricação para a produção do compósito de PU reforçado com 7 (sete) lâminas de tecido de fibra de algodão unidirecional (100% algodão, fornecido pela Tolhas São Carlos), foi o de moldagem por membrana (processo a vácuo). Este processo consiste na aplicação de vácuo no interior do molde, permitindo a obtenção de duas superfícies lisas, com quantidades reduzidas de bolhas de ar e porcentagens de fibra até 70% (FURTADO, 2009). Na sequência serão apresentadas as principais etapas do processo de fabricação.

1. Corte das lâminas de tecido unidirecional de fibras de algodão: Inicialmente os tecidos unidirecionais de fibra de algodão são dimensionados e cortados na quantidade de 7 lâminas (7FA) para cada moldagem, como mostra a Figura 17. A quantidade de 7 lâminas foi definida para obter uma placa final com espessura menor que 3 mm.



Figura 17 – Corte das lâminas de FA.
Fonte: Autoria própria.

2. Delimitação da área de moldagem: Após as lâminas de fibra de algodão serem cortadas a preparação da bolsa de vácuo se inicia. Primeiramente se delimita o espaço onde será feita a moldagem com a ajuda de uma fita adesiva dupla face de espuma de fixação, a seguir é usado cera a base de carnaúba para lubrificação da superfície do vidro para facilitar a desmoldagem após a cura do compósito (Figura 18).



Figura 18 – Delimitação e lubrificação da área de moldagem.
Fonte: Autoria própria.

3. Primeira camada de Peel Ply (Listrado): após a aplicação do desmoldante na superfície é colocado o tecido de Peel Ply, que tem como objetivo melhorar o acabamento superficial da face inferior do compósito, sendo retirado após a cura. (Figura 19)

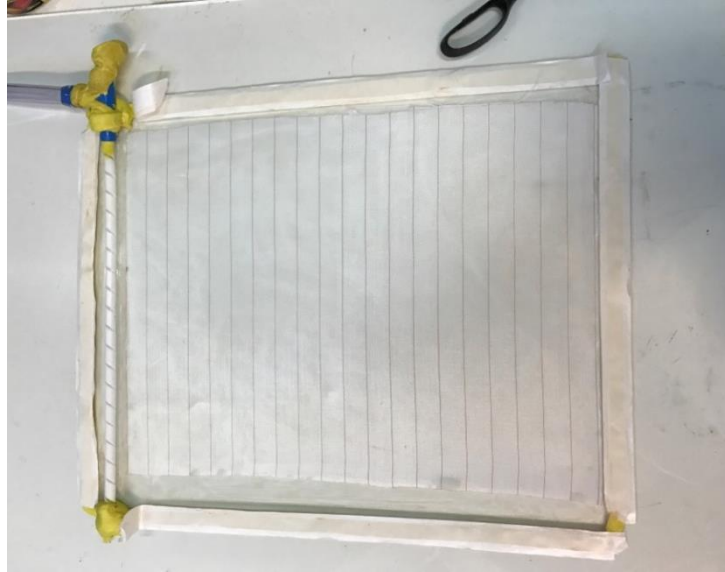


Figura 19 – Primeira camada de Peel Ply.
Fonte: Autoria própria.

4. Fixação da conexão T e do espiral: o espiral auxilia na homogeneização da retirada do ar de dentro da bolsa de forma a uniformizar a distribuição de resina no momento da moldagem, e a conexão T é ligada através de uma mangueira a bomba de vácuo (Figura 20).



Figura 20 – Fixação da conexão T e do espiral.
Fonte: Autoria própria.

5. Distribuir a PU por cima da primeira camada de Peel Ply: Depois de fixado a conexão T e o espiral é preparada a PU em uma proporção de 1:1, aproximadamente 1/3 da PU total utilizada no processo é vertida em cima do Peel Ply (base do empilhamento) e espalhada com a auxílio de uma espátula ao longo de toda área de moldagem. Em seguida são colocadas 4 lâminas de fibra de algodão alinhadas (Figura 21) em cima da PU.



Figura 21 – PU vertida na primeira camada de Peel Ply e posicionamento das primeiras lâminas de FA.

Fonte: Autoria própria.

6. Verter e espalhar por toda a área das lâminas mais uma porção de PU: após posicionada as 4 lâminas mais 1/3 da PU fabricada é vertida em cima das fibras e espalhada com ajuda de um espátula, mas sempre com movimentos na direção do comprimento das fibras, para não perder o alinhamento das mesmas (Figura 22).

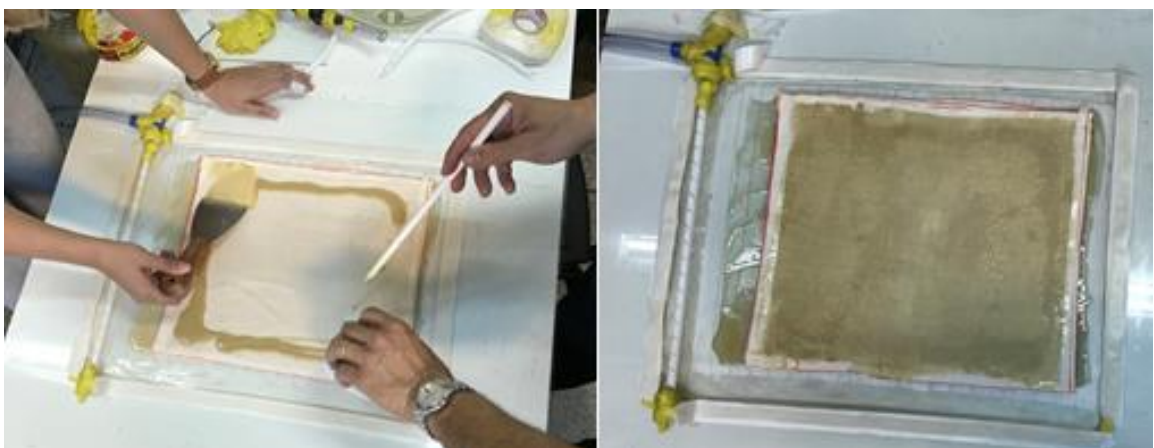


Figura 22 – PU vertida e espalhada na primeira metade das lâminas de FA.

Fonte: Autoria própria.

7. Posicionar o restante das lâminas de fibras de algodão e verter por cima o restante da PU e espalhar por toda extensão das fibras: depois de espalhar a PU em cima das fibras deve-se posicionar em cima as outras 3 lâminas restantes, e novamente verter o restante da resina por cima destas e espalhar com a ajuda de uma espátula sempre na direção das fibras (Figura 23).



Figura 23 – Posicionamento da segunda metade das lâminas de FA e PU vertida acima das mesmas.

Fonte: Autorial própria.

8. Posicionar a segunda camada de Peel Ply: depois de todas as lâminas posicionadas e empregnadas de resina é posicionada acima a segunda camada de Peel Ply, como mostra a Figura 24.

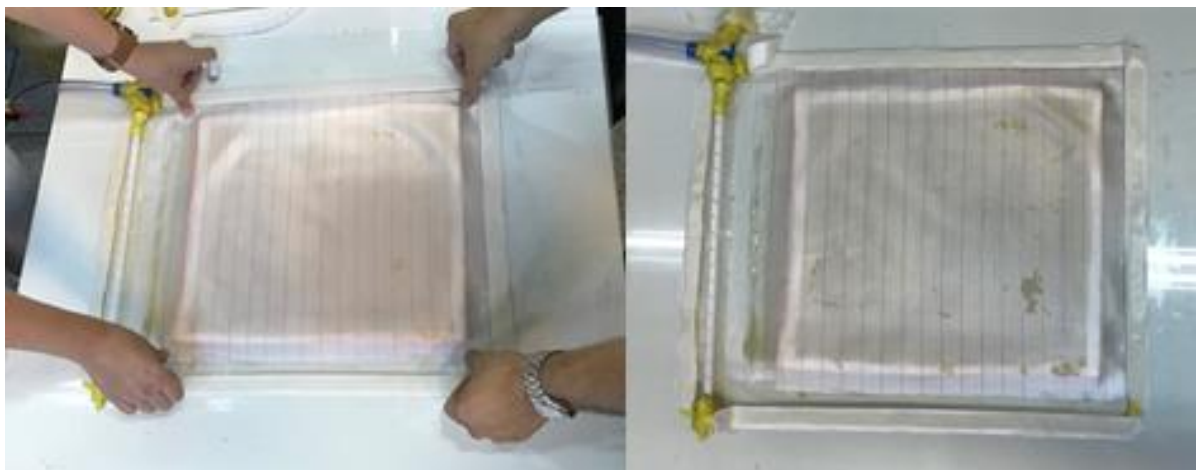


Figura 24 – Posicionamento da segunda camada de Peel Ply.

Fonte: Autorial própria.

9. Camada de tela distribuidora de resina: logo acima do tecido Peel Ply posicionar a tela distribuidora de resina, que tem o objetivo de garantir a

distribuição proporcional da resina em toda área da placa moldada. (Figura 25)



Figura 25 – Posicionamento da tela distribuidora de resina.
Fonte: Autoria própria.

10. Vedar a bolsa de vácuo: por fim, é vedada a bolsa de vácuo com a ajuda do plástico mostrado na Figura 26, colando ele junto à fita dupla-face.

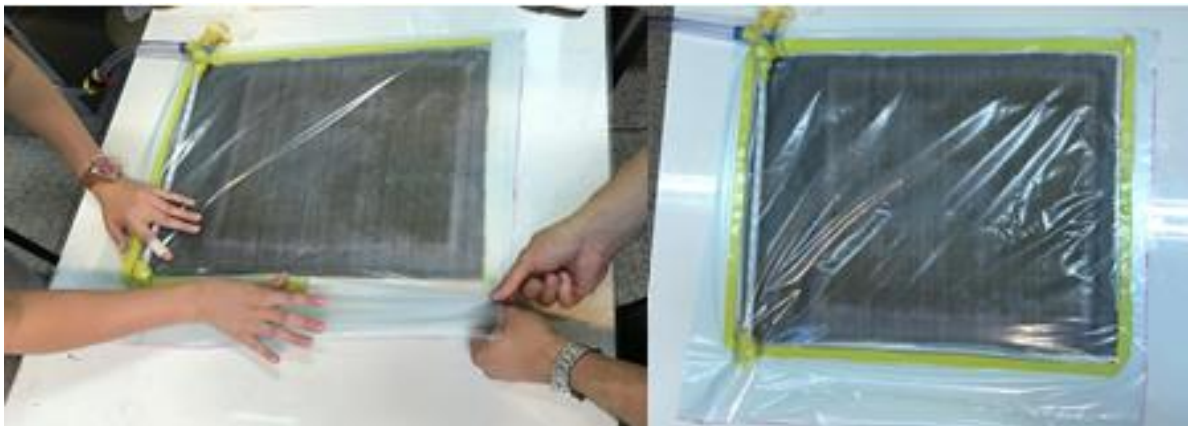


Figura 26 – Vedação da bolsa de vácuo.
Fonte: Autoria própria.

11. Acionamento da bomba de vácuo: fazer a verificação se a bolsa está devidamente lacrada e depois acionar a bomba de vácuo (Figura 27).



Figura 27 – Acionamento da bomba de vácuo.
Fonte: Autoria própria.

Alguns procedimentos prévios devem ser feitos antes de se iniciar a moldagem, sendo eles:

- medir a massa das fibras de algodão;
- anotar a temperatura e umidade relativa do dia;
- anotar as dimensões das lâminas de fibras utilizadas e a quantidade.
- verificar a orientação das fibras.
- A PU sempre deve ser dividida em dois potes para ficar mais fácil a divisão entre as camadas na hora da moldagem (por exemplo, se for utilizar 200 gramas sempre fazer 100 gramas em um recipiente e 100 gramas no outro).

Serão fabricados corpos de prova dos compósitos laminados com diferentes orientações de fibra, sendo elas 0° , $\pm 45^\circ$ e 90° . Com orientações distintas é possível verificar propriedades mecânicas longitudinais e transversais do compósito, como módulo de elasticidade longitudinal e transversal, coeficiente de *Poisson*, etc.. Para fabricação dos corpos de prova com fibras orientadas a 0° e a 90° serão empilhadas 7 lâminas todas com as fibras alinhadas em uma mesma direção ($[0_7]_T$), na fabricação dos corpos de prova com orientação a $\pm 45^\circ$ serão utilizadas 7 lâminas alternando a direção das fibras entre 0° e 90° ($[0/90/0/90/0/90/0]_T$), como mostra a Figura 28.

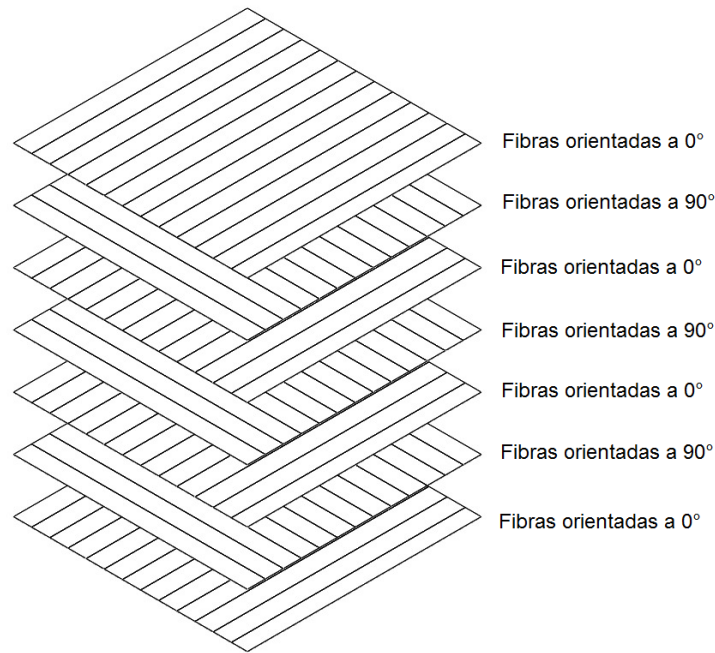


Figura 28 – Configuração do compósito laminado fabricado, com 7 lâminas, alternando as direções entre 0° e 90°.
Fonte: Autoria própria.

5.1.4 Compósito de PU aditivado com ATH reforçado com tecido de Fibra de Algodão (PU + 7FA + ATH)

Para a fabricação do compósito de PU+ATH+FA, o primeiro procedimento é a definição da quantidade de retardante de chama que será utilizado. Com base nos resultados dos ensaios de inflamabilidade da PU+ATH obtidos previamente. Assim, analisando a influência da quantidade de ATH no processo de queima será possível determinar a quantidade que provavelmente será adequada para aplicação. Com a quantidade de ATH definida, a fabricação dos compósitos laminados de PU reforçado com FA e aditivado com ATH será feita utilizando o mesmo procedimento descrito anteriormente, moldagem por membrana a vácuo, porém utilizando a PU aditivada com ATH e não a PU pura para impregnação das fibras de algodão. Também serão fabricados corpos de provas dos compósitos laminados com 0°, ±45° e 90° para orientação das fibras de algodão.

5.2 Ensaio mecânicos

Abaixo serão descritos os procedimentos dos ensaios mecânicos utilizados na caracterização mecânica dos materiais.

5.2.1 Ensaio de tração

A norma ASTM D638-03 é utilizada como base para os ensaios de tração de materiais plásticos, no presente trabalho será aplicada para a PU pura e para a PU aditivada com diferentes proporções de ATH (10%, 20% e 30%).

Para a PU pura e PU+ATH as dimensões e formato (gravata) mostrados na Figura 29 devem ser usados para fabricação dos corpos de prova (CDP) de tração. São necessários pelo menos 5 CDP's de cada tipo de material que será ensaiado.

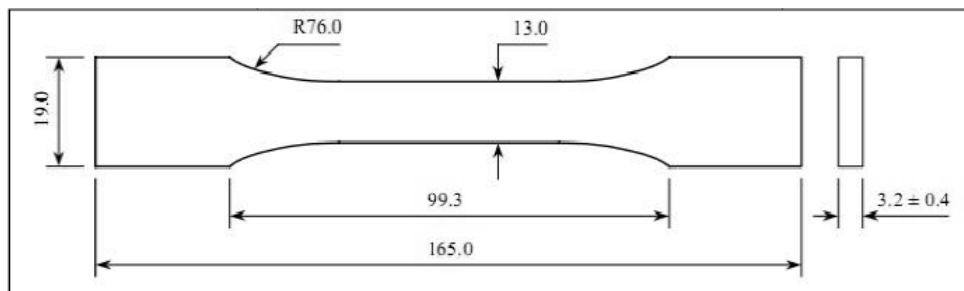


Figura 29 – Dimensões do corpo de prova de tração (mm).
Fonte: Costa (2007).

A velocidade de ensaio indicada pela norma ASTM D638-03 e utilizada neste trabalho é de 5 mm/min. As propriedades que podem ser obtidas com auxílio desse ensaio são:

- Tensão de escoamento a tração;
- Deformação na tensão de escoamento;
- Curva tensão-deformação;
- Deformação longitudinal;
- Deformação transversal;
- Módulo de elasticidade longitudinal, E_L ;
- Módulo de elasticidade transversal, E_T ;
- Coeficiente de Poisson, ν .

As deformações longitudinais, ϵ_l , e as deformações transversais, ϵ_t , serão obtidas através do processo de CID.

Para os ensaios de tração de materiais compósitos laminados, os compósitos de PU+7FA e PU+ATH+7FA, foi utilizada a norma ASTM D3039/D3039M-00. As propriedades, na direção do teste, que podem ser obtidas a partir deste método de teste, incluem as seguintes:

- Tensão máxima de tração,
- Deformação máxima,
- Módulo de elasticidade,
- Deformação longitudinal;
- Deformação transversal;
- Coeficiente de Poisson.

Todos os ensaios quase estáticos de tração dos corpos de prova dos compósitos de PU+FA e PU+ATH+FA, foram realizados utilizando uma velocidade de 2 mm/min e uma temperatura ambiente de 21°C.

Para compósitos laminados, as dimensões dos CDP's mudam conforme a orientação das fibras. Na Tabela 3 estão as dimensões das amostras para cada orientação das fibras.

Tabela 3 – Geometria Recomendada dos corpos de prova de tração.

| Orientação da Fibra | Largura [mm] | Comprimento [mm] | Espessura [mm] |
|------------------------------|--------------|------------------|----------------|
| Unidirecional de 0° | 15 | 250 | 1,0 |
| Unidirecional de 90° | 25 | 175 | 2,0 |
| Balanceado e simétrico | 25 | 250 | 2,5 |
| Descontinuado aleatoriamente | 25 | 250 | 2,5 |

Fonte: ASTM D3039/D3039M-00

Como mencionado anteriormente serão fabricados compósitos com diferentes orientações, sendo elas 0°, $\pm 45^\circ$ e 90°. Conforme a Tabela, para os orientados a 0° os CDP's devem ser fabricados no formato retangular com 15 mm de largura, 250 mm de comprimento e uma espessura mínima de 1,0 mm. Os orientados a 90° as amostras devem ser fabricadas no formato retangular com 25 mm de largura, 250 mm de comprimento e possuir uma espessura mínima de 2,0 mm. Para os orientados a $\pm 45^\circ$, para um laminado balanceado e simétrico as amostras devem possuir formato retangular com 25 mm de largura, 250 mm de comprimento e uma espessura de 2,5 mm.

As equações na sequência serão utilizadas para determinar às propriedades a tração das amostras ensaiadas de PU pura e PU+ATH e dos compósitos de PU+FA e PU+ATH+FA.

Tensão – Determinar a tensão para cada ponto obtido usando a equação (7).

$$\sigma_i = \frac{P_i}{A} \quad (7)$$

Onde,

σ_i = Tensão no ponto i, MPa;

P_i = Carga no ponto i, N;

A = Área da seção transversal em mm².

Deformação Longitudinal – Determina-se a deformação para cada ponto de deslocamento indicado usando equação (8).

$$\epsilon_i = \ln\left(\frac{\delta_i + L_g}{L_g}\right) * 100 \quad (8)$$

Onde,

ϵ_i = Deformação de tração do ponto i, %;

δ_i = Deslocamento no ponto i, mm;

L_g = Comprimento de referência, mm.

Módulo de elasticidade linear de tração – Calcular o módulo de elasticidade linear de tração a partir dos dados de tensão-deformação usando a equação (9). Um exemplo gráfico do módulo de elasticidade linear é mostrado na Figura 30.

$$E^{linear} = E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon} \quad (9)$$

Onde,

E^{linear} = Módulo de elasticidade linear de tração, GPa;

$\Delta\sigma$ = Diferença na tensão de tração aplicada entre os dois pontos de deformação, MPa;

$\Delta\epsilon$ = Diferença entre os dois pontos de deformação (nominalmente 0,002).

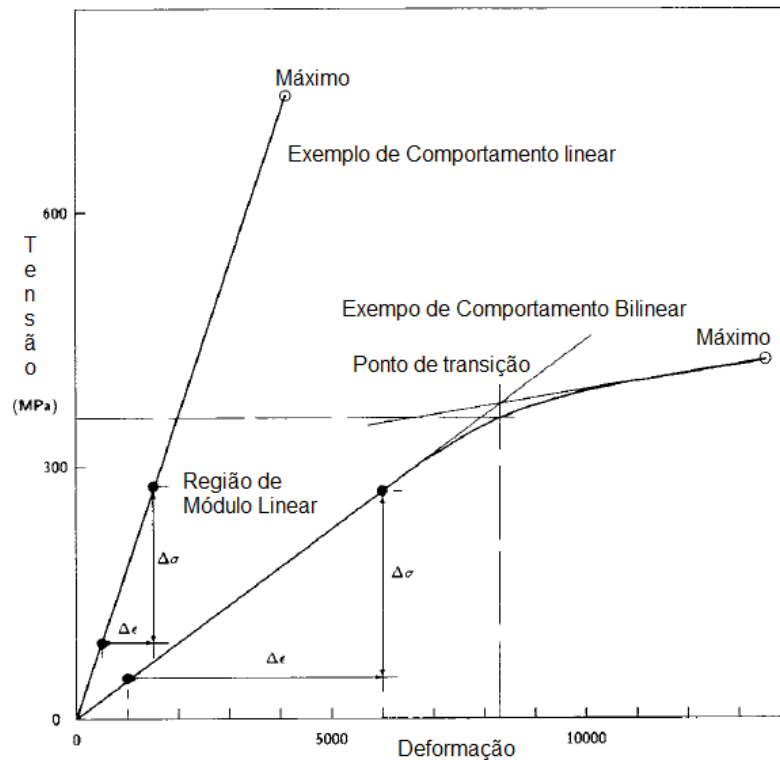


Figura 30 – Curva de tensão-deformação de tração e região de módulo linear.
Fonte: ASTM D3039.

Coefficiente de Poisson – Calcular o coeficiente de Poisson pela equação (10).

$$\nu = - \frac{\Delta\epsilon_t}{\Delta\epsilon_l} \quad (10)$$

Onde,

ν = Coeficiente de Poisson;

$\Delta\epsilon_t$ = Diferença da deformação transversal entre os dois pontos de deformação longitudinal, adimensional;

$\Delta\epsilon_l$ = Diferença entre dois pontos de deformação longitudinal, adimensional.

O ensaio de tração de um laminado de $\pm 45^\circ$ é realizado de acordo com a norma ASTM D3518, utilizado para avaliar a resposta de cisalhamento no plano, usando expressões derivadas da teoria de placas laminadas. A tensão de cisalhamento no plano no sistema de coordenadas do material é calculada diretamente a partir da carga axial aplicada e a deformação de cisalhamento relacionada, é determinada a partir de dados de deformação longitudinais e transversais. Estes dados são usados para criar uma curva de tensão de

cisalhamento – deformação de cisalhamento no plano. As propriedades que podem ser obtidas através deste método de ensaios são:

- Curva de tensão de cisalhamento x deformação de cisalhamento no plano,
- Módulo de elasticidade cisalhante no plano,
- Tensão máxima de cisalhamento no plano para um laminado de $\pm 45^\circ$, e
- Deformação máxima de cisalhamento no plano para um laminado de $\pm 45^\circ$.

Com base na Figura 31, que determina os eixos de referência da amostra e do material, foram definidas algumas equações para obtenção das propriedades de cisalhamento do compósito em estudo.

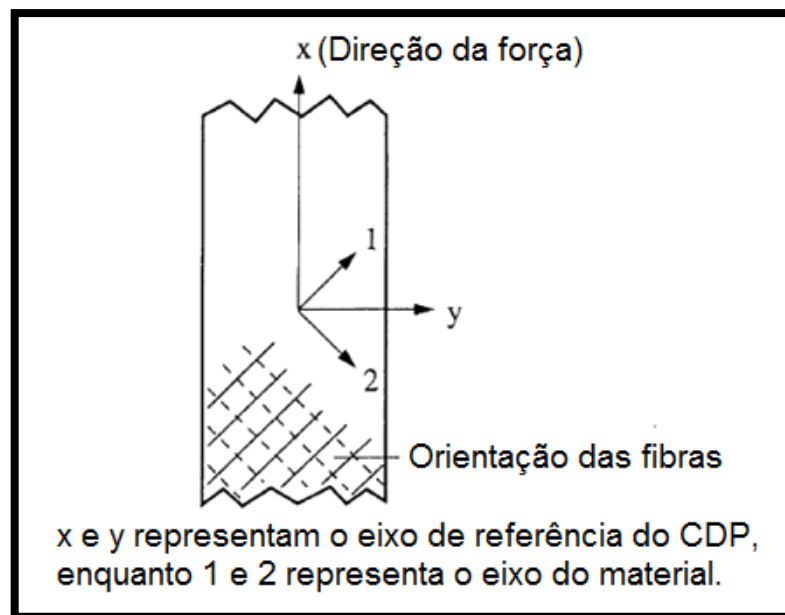


Figura 31 – Definição do Eixo do CDP e do Material.
Fonte: ASTM D3518

Na sequência estão as equações necessárias para o cálculo das propriedades de cisalhamento no plano.

Tensão de cisalhamento – Determinar a tensão cisalhante para cada ponto obtido usando a equação (11).

$$\tau_{12i} = \frac{P_i}{2A} \quad (11)$$

Onde,

τ_{12i} = Tensão cisalhante para ponto i, MPa;

P_i = Força no ponto i, N; e

A = Área da seção transversal de acordo com o Método de teste D3039, mm².

Deformação de cisalhamento – Determinar a deformação de cisalhamento para cada ponto obtido usando a equação (12). A máxima deformação de cisalhamento é determinada a partir da equação (13).

$$\gamma_{12i} = \epsilon_{xi} - \epsilon_{yi} \quad (12)$$

$$\gamma_{12}^m = \min\{\gamma_{12} \text{ da tensão máxima de cisalhamento}\} \quad (13)$$

Onde,

γ_{12i} = deformação cisalhante no ponto i; adimensional;

ϵ_{xi} = deformação normal longitudinal no ponto i; adimensional;

ϵ_{yi} = deformação normal transversal no ponto i; adimensional; e

γ_{12}^m = deformação cisalhante máxima, adimensional.

Módulo de elasticidade de cisalhamento linear – Calcular o módulo de elasticidade de cisalhamento linear usando a equação (14), aplicado sobre uma faixa de deformação de cisalhamento. Um exemplo gráfico do módulo de elasticidade cisalhante linear pode ser visto na Figura 32.

$$G_{12}^{linear} = \frac{\Delta\tau_{12}}{\Delta\gamma_{12}} \quad (14)$$

Onde,

G_{12}^{linear} = Módulo de elasticidade de cisalhamento linear, GPa;

$\Delta\tau_{12}$ = Diferença entre dois pontos de tensão de cisalhamento, MPa; e

$\Delta\gamma_{12}$ = Diferença entre dois pontos de deformação de cisalhamento.

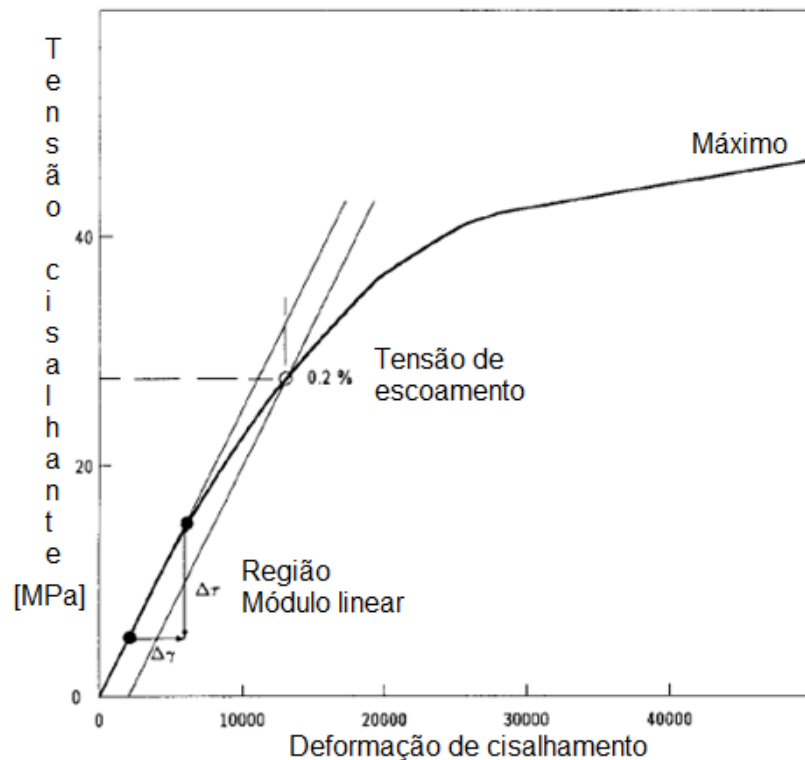


Figura 32 – Exemplo do cálculo do módulo de cisalhamento linear.
Fonte: ASTM D3518.

5.2.2 Ensaio de flexão

Através da norma ASTM D790-03 é possível determinar as propriedades de flexão dos plásticos não reforçados e reforçados, incluindo compósitos de alto módulo e materiais isolantes elétricos sob a forma de barras retangulares moldadas diretamente ou cortadas de folhas, placas ou formas moldadas. Logo, para a PU pura, PU aditivada com ATH, PU+7FA e PU+ATH+7FA, será utilizada a mesma norma para realização dos ensaios de flexão.

O método de ensaio, para este caso, consiste em um sistema de carregamento de três pontos aplicado a uma viga simplesmente apoiada. Uma barra de seção transversal retangular repousa em dois suportes e é carregada no ponto central entre os suportes, como pode ser visto na Figura 33.

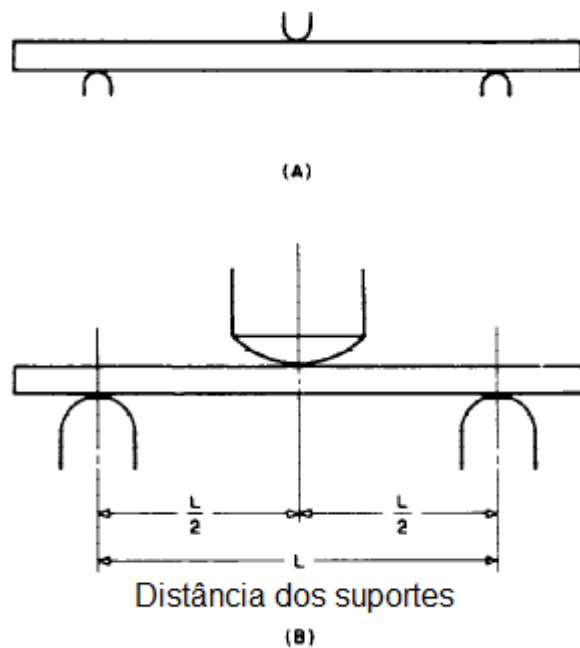


Figura 33 – Ensaio de flexão de 3 pontos, representação da placa ensaiada e do suporte.
Fonte: ASTM D790 – 03.

Para materiais com a espessura maior ou igual a 1,6 mm e menor que 3,2 mm as amostras devem ter uma largura de 12,7 mm. O corpo de prova deve ser suficientemente longo para permitir a sobreposição em cada extremidade de pelo menos 10% da extensão do CDP, mas em nenhum caso inferior a 6,4 mm em cada extremidade. A saliência deve ser suficiente para evitar que a amostra escorregue pelos suportes. A velocidade de deslocamento do travessão da máquina utilizada é de 1 mm/min.

Na sequência serão descritas as equações utilizadas para obtenção das propriedades mecânica de flexão.

Tensão de Flexão (σ_f) – pode ser calculada para qualquer ponto da curva de carga-deflexão seguindo a equação (15):

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (15)$$

Onde:

σ = tensão no ponto central, MPa,

P = carga no ponto dado na curva de carga-deflexão, N,

L = comprimento do suporte, mm,

b = largura da placa testada, mm, e

d = profundidade da placa testada, mm.

Deformação de flexão (ϵ_f) – Pode ser calculado para qualquer deflexão usando a equação (16).

$$\epsilon_f = \frac{6Dd}{L^2} \quad (16)$$

Onde:

ϵ_f = deformação na superfície, mm/mm,

D = deflexão máxima no centro da amostra, mm,

d = profundidade, mm, e

L = comprimento do suporte, mm.

Módulo linear de Flexão (E_f) — O módulo de flexão pode ser calculado a partir de dois pontos discretos na curva de tensão-deformação, seguindo a equação (17).

$$E_f = \frac{(\sigma_{f2} - \sigma_{f1})}{(\epsilon_{f2} - \epsilon_{f1})} \quad (17)$$

Onde:

σ_{f2} e σ_{f1} são as tensões de flexão, calculados a partir da Equação 3 e medidos nos pontos predefinidos na curva de deflexão da carga, e

ϵ_{f2} e ϵ_{f1} são os valores da deformação de flexão, calculados a partir da Equação 5 e medidos nos pontos predeterminados na curva de carga-deflexão.

5.3 Ensaio de Inflamabilidade

Setores industriais tecnologicamente avançados têm introduzido novos materiais visando responder às demandas cada vez maiores de competitividade, segurança e preservação ambiental. A química de poliuretanas é muito flexível e permite que produtos sejam fabricados com diferentes propriedades mecânicas, gerando uma série de aplicações. Neste sentido, a utilização de produtos fabricados com poliuretanas obtidas a partir de óleos vegetais tem como vantagem adicional,

serem derivados de material proveniente de matéria-prima de fonte renovável e não agressiva ao meio ambiente. No entanto, tal como os polímeros sintéticos, estes materiais, se decompõem quando expostos à chama (FONSECA et al., 2004). Portanto, ensaios como o de tração, flexão, impacto, inflamabilidade, entre outros, são fundamentais, pois cada material apresenta um comportamento diferente quando submetido a esforços ou a condições de incêndio.

Assim, a facilidade de ignição, taxa de queima e taxa de liberação de calor são propriedades importantes dos materiais que determinam a extensão do risco de incêndio (SONDHELM WS, 2000). Para avaliar a inflamabilidade de materiais compósitos são realizados ensaios de queima em corpos de prova na posição vertical e na posição horizontal, esses ensaios são essenciais para classificação e aplicação desses materiais. (SILVA et al., 2016)

Em consequência do custo de uma câmara comercial ser menos favorável que a construção de uma para a realização de tais ensaios, Lotto (2017), desenvolveu o projeto e a fabricação de uma câmara de ensaio de inflamabilidade vertical e horizontal para materiais compósitos, a qual será utilizada para realização dos ensaios de inflamabilidade do compósito do presente trabalho.

5.3.1 Ensaio de Inflamabilidade Vertical

De acordo com a norma de ensaio de inflamabilidade vertical, ASTM D3801-10, para aplicação da mesma é necessária uma câmara fechada, livre de correntes de ar forçadas ou induzidas, permitindo simultaneamente a circulação térmica normal do ar para além da amostra durante a queima. Além disso, a câmara ainda deve conter um volume interior de no mínimo 0,5 m³, um vidro resistente ao calor para a observação do teste e um exaustor para remover os produtos provenientes da combustão. São necessários um suporte de fixação do corpo de prova, dispositivo de tempo com precisão de 0,5 segundos, algodão (100% algodão) para absorção quando houver gotejamento no processo de queima do material, bico de Bunsen (queimador) que fornecerá a chama, um fornecimento de gás (gás butano) com um regulador de fluxo de gás constante e corpos de prova com 125 ± 5 mm de comprimento por 13 ± 0.5 mm de largura e uma espessura mínima de 3mm.

Para a realização de tal ensaio, alguns procedimentos devem ser seguidos, porém antes de menciona-los, faz-se necessária a apresentação de algumas definições, tais como:

- *Afterflame time*: o período de tempo durante o qual um material continua a queimar, após a remoção da fonte de ignição.
- *Afterglow time*: o período de tempo durante o qual o material continua a brilhar ou apresentar incandescência, após a remoção da fonte de ignição ou a cessação da chama, ou ambos.

A parte inicial do ensaio, consta com a fixação do corpo de prova, o posicionamento do algodão e do queimador (Bico de Bunsen) afastado da amostra, de modo que seja possível ajustar a chama na cor azul e no comprimento de 20 ± 2 mm (Figure 35). Após o ajuste do queimador, deve-se fazer a aproximação do mesmo de modo que a chama fique centrada sob a extremidade do corpo de prova (Figura 34) e com o tubo do queimador à 10 ± 1 mm de distância abaixo do corpo de prova (Figura 35), e com um tempo de 10 ± 0.5 segundos.

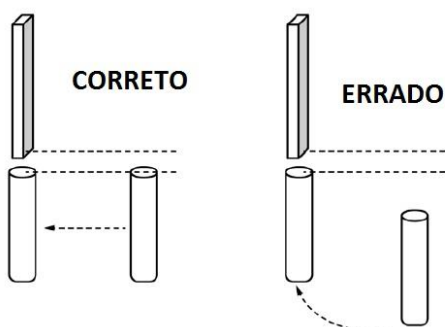


Figura 34 - Modo correto de aproximação do Bico de Bunsen
Fonte: ASTM D3801-10

Com a aproximação do queimador, os seguintes posicionamentos e distâncias devem ser respeitadas, conforme ilustrado na (Figura 35).

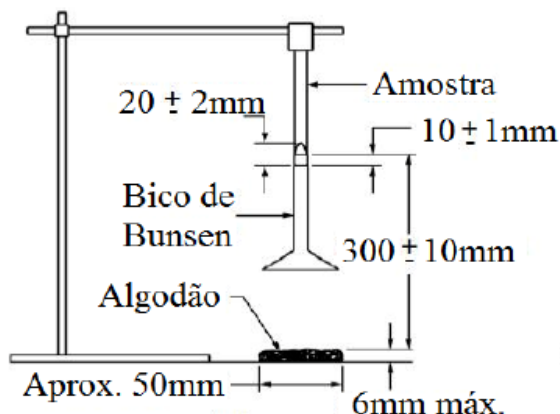


Figura 35- Posicionamento e distâncias dos elementos para a realização do ensaio de inflamabilidade vertical
Fonte: ASTM D3801-10.

Após a primeira aplicação da chama, se não houver a extinção da mesma, deve-se anotar o *Afterflame time* (t_1), mas caso houver a extinção do fogo, deve-se colocar novamente imediatamente o queimador por mais 10 ± 1 segundos.

Quando aplicado pela segunda vez o queimador, deve-se fazer a anotação do *Afterflame time* (t_2), e do *Afterglow time* (t_3) e além disso, observar se há gotejamento do corpo de prova, e se esse gotejamento faz com que o algodão tenha uma ignição de queima. Caso ocorra o gotejamento da amostra, incline o queimador para um ângulo de 45° em direção ao lado largo da amostra (Figura 36), para evitar o gotejamento no tubo do queimador.

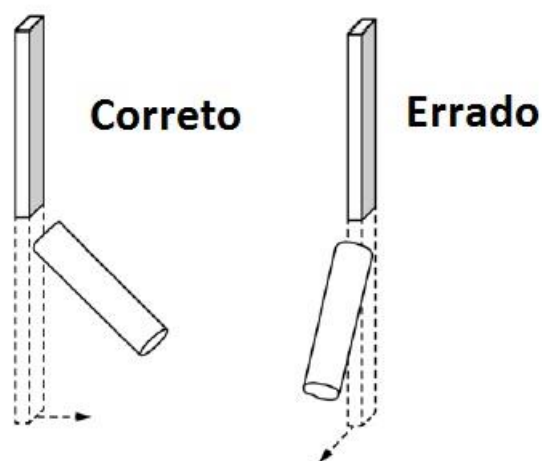


Figura 36 - Inclinação correta do queimador.
Fonte: ASTM D3801-10.

Deste modo, as principais classificações possíveis através desse teste são: V-0, V-1 e V-2.

A classificação V-0 é dada ao material que a chama extinguiu-se em menos de 10 segundos, que a média do tempo da combustão ($t_1 + t_2$) de cinco amostras ensaiadas não excedeu 50 segundos para duas aplicações do queimador e que o tempo de queima mais o tempo de incandescência para cada amostra individual depois da segunda aplicação do queimador ($t_2 + t_3$) não ultrapassou 30 segundos. Além disso, o material não pode queimar a braçadeira que prende o corpo de prova e não deve apresentar gotejamento inflamável.

A classificação V-1 é dada ao material que a chama se extinguiu em menos de 30 segundos, que a média do tempo de combustão de cinco amostras ensaiadas não excedeu 250 segundos para duas aplicações do queimador e que o tempo de queima mais o tempo de incandescência para cada amostra individual depois da segunda aplicação do queimador não excedeu 60 segundos. E ainda, o material não pode queimar a braçadeira que prende o corpo de prova e não deve apresentar gotejamento inflamável. E por fim, a classificação V-2 é dada quando é satisfeito os critérios de V-1. Contudo ocorre o gotejamento inflamável no algodão.

A Tabela 3 mostra as classificações para um material ensaiado segundo a norma ASTM D3801-10.

Tabela 4 – Critérios de avaliação do teste de queima vertical

| Condições | V-0 | V-1 | V-2 |
|---|------------|------------|------------|
| O tempo de queima de cada amostra individual t_1 e t_2 | ≤ 10s | ≤ 30s | ≤ 30s |
| O tempo total da queima de cada conjunto de amostras ($t_1 + t_2$ para 5 amostras) | ≤ 50s | ≤ 250s | ≤ 250 s |
| O tempo de queima mais o tempo de incandescência para amostra individual depois da segunda aplicação do queimador ($t_2 + t_3$) | ≤ 30s | ≤ 60s | ≤ 60s |
| Se alguma amostra queimou ou incandesceu até a região que prende o corpo de prova | Não | Não | Não |
| Se o algodão entrou em ignição devido a partículas de chama ou se houve gotejamento | Não | Não | Sim |

Fonte: ASTM D3801-10.

5.3.2 Ensaio de Inflamabilidade horizontal

De acordo com a norma ASTM D635 – 14, para a realização do ensaio, também será necessário uma câmara fechada, livre de correntes de ar forçadas ou induzidas, com volume interior de 0,5 m³ no mínimo, um vidro resistente ao calor para a observação do teste e um exaustor para remover os produtos provenientes da combustão. Além disso, é indispensável um bico de Bunsen (queimador), um equipamento de fixação do corpo de prova capaz de mantê-lo em posição horizontal com uma angulação de $45^\circ \pm 2$ (Figura 37), um suporte para o bico de Bunsen que permita posicionar a base a 45° (Figura 38) e o fornecimento de gás (gás metano). Diferente do ensaio da vertical, este conta com a presença de uma tela de arame, que tem a função de sustentar os resíduos da combustão ou partículas incandescentes que caem da amostra, posicionada a $10 \text{ mm} \pm 1$ do corpo de prova. (Figura 37).

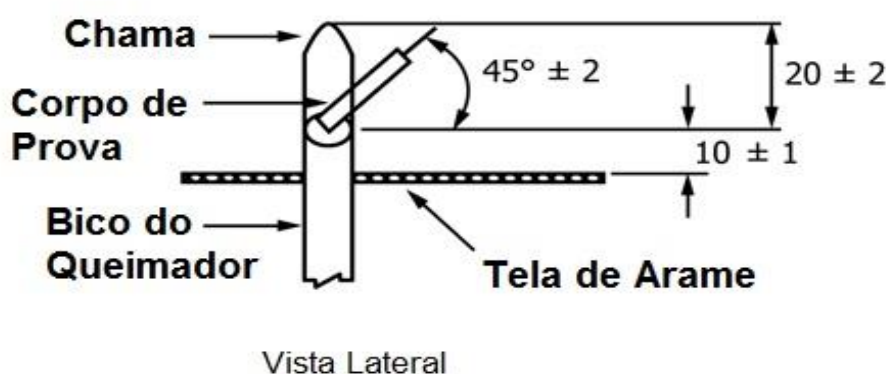


Figura 37 - Vista lateral do ensaio de inflamabilidade horizontal.
Fonte: ASTM D635 – 14.

Para início do ensaio, são necessárias 10 amostras, nas quais devem possuir 125 ± 5 mm de comprimento por $13 \pm 0,5$ mm de largura e uma espessura mínima de 3 mm. Em cada amostra, é necessário que faça duas marcações com duas linhas perpendiculares ao eixo longitudinal. A primeira marcação deve ser feita a 25 ± 1 mm da extremidade do corpo de prova, e a segunda marcação deve ser feita a 100 ± 1 mm da extremidade do corpo de prova, conforme mostrado na Figura 38.

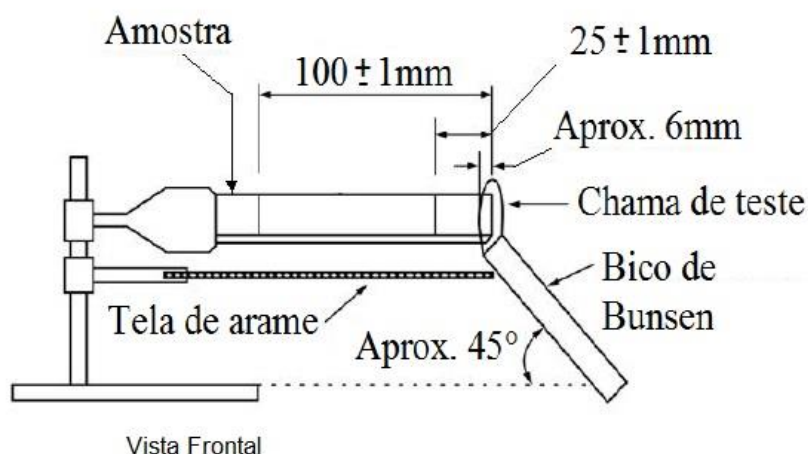


Figura 38 - Vista frontal do ensaio de inflamabilidade horizontal.
Fonte: ASTM D635 – 14.

Feito as marcações, deve-se fixar o corpo de prova de acordo com a Figura 38 e antes de fazer a aproximação do queimador (bico de Bunsen), é preciso fazer o ajuste da chama, de modo que a mesma tenha 20 ± 2 mm de comprimento e a coloração azul por inteira e esperar 5 minutos para alcançar o equilíbrio. A aproximação do queimador deve ser feita de forma que a chama colide na extremidade livre do corpo de prova a uma profundidade de aproximadamente 6 mm e mantendo o queimador com uma angulação de $45^\circ \pm 2$ (Figura 38), iniciando o dispositivo de temporização simultaneamente. A chama deve ser aplicada durante 30 ± 1 segundos, sem alterar sua posição. Retira-se a chama após 30 ± 1 segundos, ou assim que a frente da chama atingir 25 mm. Caso a chama atinja a marcação de 25 mm, o temporizador deve ser reiniciado. Se o corpo de prova não apresentar ignição, o material não é adequado para avaliação por este método de ensaio.

Se o corpo de prova continuar a queimar, com uma chama ou incandescência, após a remoção da chama, é necessário marcar o tempo (t) em segundos a partir do momento em que a chama passe a marcação de 25 mm até atingir a marcação de 100 mm e registrar o comprimento queimado (L), como 75 mm. Se a frente da chama não atingir a marcação de 100 mm, registrar o tempo decorrido, em segundos, e o comprimento queimado em milímetros entre a marca de referência de 25 mm e onde a chama parou de se propagar.

Estes procedimentos de teste devem ser feitos até que 3 corpos de provas atinjam a marcação de 100 mm, caso isso não aconteça, é necessário realizar o teste em 10 corpos de prova.

No ensaio de inflamabilidade horizontal o material é classificado como HB (HB = *horizontal burning*), se as amostras apresentarem alguns comportamentos após o queimador ser removido, tais como:

- Não há sinais visíveis de combustão após a remoção do queimador;
- A chama não passa da marcação de 25 mm;
- A chama passa da marcação de 25 mm, mas atinge a marcação de 100 mm;
- A chama atinge a marcação de 100 mm, mas a velocidade de queima não excede 40 mm/min para amostras com uma espessura entre 3 e 13 mm ou 75 mm/min para amostras com espessuras menores que 3 mm.

5.4 Frações Volumétricas de Fibra e Matriz.

A importância do controle das frações volumétricas está ligada às propriedades do material, como resistência mecânica e módulo de elasticidade (GIOVEDI et. al., 2004). Há vários métodos existentes que possibilita determinar as frações volumétricas de fibra e matriz de materiais compósitos, como o de termogravimetria, queima em forno, digestão de matriz (ASTM D3171-15) e métodos ópticos. Porém, quando se utiliza fibras naturais como reforço de resinas, determinar a fração destas, é um desafio, pois a maioria se degrada em temperaturas muito menores que as fibras sintéticas, próximas ou menores que a temperatura de degradação da matriz polimérica. Isso impossibilita o processo de queima em forno, que após a degradação da matriz a certa temperatura, resta somente às fibras, se estas se degradam a uma temperatura superior à da matriz. A partir da fração em massa de fibra obtida, do valor calculado da fração em massa da matriz e das densidades da fibra, da matriz e do compósito, obtidas previamente, é possível determinar a fração volumétrica de fibra, matriz e vazio presentes no compósito (GIOVEDI et. al., 2008).

A norma ASTM D3171-15, possui dois métodos de ensaio que determinam o conteúdo constitutivo de materiais compósitos. O Método de Ensaio I remove fisicamente a matriz por digestão e ignição ou carbonização, por um de oito procedimentos, deixando o reforço essencialmente não afetado e permitindo assim o

cálculo do reforço ou do conteúdo da matriz (em peso ou volume) bem como o volume de vácuo percentual. O Método de Ensaio II, aplicável apenas a materiais laminados de peso superficial de fibras conhecido, calcula o reforço ou o teor de matriz (em peso ou volume) e a espessura de camada curada, com base na espessura medida do laminado, não sendo possível o cálculo do volume de vácuo. Como o compósito em estudo é um laminado reforçado com fibras naturais, o Método de Ensaio II seria o mais indicado, pois a degradação da matriz sem afetar as fibras, Método de Ensaio I, não seria possível. (ASTM D3171-15)

Segundo a ASTM D3171-15, para o Método de Ensaio II, o número mínimo de amostras de teste recomendado é um, a amostra pode ser das dimensões do painel de laminado, possuindo uma área de superfície mínima de 625 mm², de forma cilíndrica ou cúbica. Após o corte a amostra deve ser mantida livre de óleo, gordura ou outros materiais estranhos, em um ambiente a uma temperatura de 23±5°C e umidade relativa menor de 65%. Para determinar a fração volumétrica de reforço e matriz, as seguintes etapas são necessárias:

1. Densidade da amostra, g/cm³ - Calcular a densidade da amostra em gramas por centímetro cúbico com equação (18):

$$\rho_c = M_i / (A \times h \times 1000) \quad (18)$$

onde:

M_i = massa da amostra, g;

A = área da amostra, m²;

h = espessura da amostra, mm;

2. Conteúdo de Reforço, Peso percentual – Calcular o conteúdo de reforço em peso percentual de acordo com a equação (19).

$$W_r = (A_r \times N_p \times 0,1) / (\rho_c \times h) \quad (19)$$

onde:

A_r = massa de uma camada de reforço/unidade de área, g/m² e

N_p = número de camadas na amostra de teste.

3. Conteúdo de reforço, Volume percentual – Calcular o conteúdo de reforço em volume percentual de acordo com a equação (20).

$$V_r = (A_r \times N_p \times 0,1)/(\rho_r \times h) \quad (20)$$

4. Conteúdo de Matriz, Peso percentual – Calcular o conteúdo de matriz em peso percentual de acordo com a equação (21).

$$W_m = 100 - ((A_r \times N_p \times 0,1)/(\rho_c \times h)) \quad (21)$$

5. Conteúdo de Matriz, Volume percentual – Calcular o conteúdo de matriz em volume percentual de acordo com a equação (22).

$$V_m = W_m \times \rho_c / \rho_m \quad (22)$$

6. Espessura da camada curada, mm – Calcular a espessura da camada curada a partir da medida da espessura do laminado, h, de acordo com a equação (23).

$$h_p = h / N_p \quad (23)$$

Onde:

h_p = espessura da camada curada, mm, e

N_p = número de camadas do laminado.

Da Silva *et. al.*, (2008) em seu trabalho desenvolveu um compósito laminado híbrido com fibras naturais e fibras sintéticas. Para determinar as frações volumétricas de fibras e matriz foi utilizado o processo de calcinação, onde não foi possível calcular a fração volumétrica das fibras naturais, pois a mesma é carbonizada juntamente com a matriz impossibilitando também a determinação da fração de vazios. Outra abordagem seria a determinação da fração em massa dos componentes, mas como foi utilizado o processo de laminação manual os resultados seriam muito imprecisos, de baixo valor científico (DA SILVA *et. al.*, 2008).

Em métodos ópticos, como no caso da determinação por microscopia óptica acoplada a um analisador de imagem, o processo consiste em discriminar fases com diferentes tonalidades (do preto ao branco) utilizando um software apropriado, o qual está acoplado a um microscópio óptico com câmera de vídeo CDC. A imagem é transmitida e processada em um computador. A fração de cada um dos componentes da amostra é definida pela contagem automática de pixels que apresentam coloração correspondente aos diferentes materiais presentes, o que é

previamente selecionado pelo operador. Logo, o operador associa cores diferentes aos materiais presentes na amostra e o software correlaciona a quantidade de pixels presentes com a área total examinada, obtendo o resultado diretamente em volume percentual (GIOVEDI et. al., 2004).

No trabalho de Giovedi et. al. (2004), foram comparados quatro métodos de determinação de frações volumétricas de fibra e matriz, em um compósito de matriz polimérica com reforço de fibras de carbono (fibra sintética), sendo estes, termogravimetria (TG), queima em forno, digestão de matriz e analisador de imagem. Na Tabela 5 estão exibidos os resultados obtidos em cada abordagem utilizada. De acordo com Giovedi et al. (2004), o método de analisador de imagem foi o que apresentou menor precisão dentre todas as metodologias empregadas, portanto mais sujeita a erros. Como a fração de vazios do compósito em estudo é muito baixa (menor que 2%), a precisão dos resultados é extremamente importante (GIOVEDI et. al., 2004).

Tabela 5 – Valores percentuais de frações volumétricas de fibra de carbono e matriz em material compósito, obtidos a partir de quatro metodologias diferentes.

| | TG | Queima em forno | Digestão da matriz | Analisador de imagem | | |
|---|----------|-----------------|--------------------|----------------------|-------------|--------------|
| | | | | Aumento 25X | Aumento 50X | Aumento 100X |
| Fração volumétrica de fibra [%] | (65 ± 1) | (65 ± 1) | (63 ± 1) | (59 ± 4) | (62 ± 6) | (66 ± 5) |
| Fração volumétrica de matriz [%] | (35 ± 1) | (35 ± 1) | (37 ± 1) | (41 ± 4) | (37 ± 6) | (35 ± 5) |

Fonte: Giovedi et. al., 2004.

De todos os métodos discutidos, os que se adequam para determinação da fração volumétrica de fibra e matriz em compósitos laminados reforçados com fibras naturais, seria o Método de Ensaio II segundo a norma ASTM 3171-15 e os métodos ópticos, porém este último apresenta menor precisão nos resultados.

O Método de Ensaio II segundo a norma ASTM 3171-15 será utilizado para determinar as frações volumétricas de matriz e reforço dos compósitos de PU+7FA (7 lâminas de Fibra de Algodão) e PU+30%ATH+7FA.

7 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados e discutidos todos os resultados obtidos, com base nos ensaios mecânicos de tração e flexão, nos testes de inflamabilidade vertical e horizontal da PU pura, PU+ATH (10%, 20% e 30%), PU+FA e PU+ATH+FA, valores de fração volumétrica fibra-matriz dos compósitos de PU+FA e PU+ATH+FA e da MEV, evidenciando a qualidade da interface fibra-matriz.

7.1 Ensaios de Inflamabilidade

Na sequência serão descritos os resultados obtidos dos ensaios de inflamabilidade vertical e horizontal realizados na PU pura, PU+ATH (10%, 20% e 30%), PU+FA e PU+ATH+FA.

7.1.1 Ensaio de Inflamabilidade Vertical

Para realização dos ensaios de inflamabilidade vertical foram necessárias 5 amostras de cada material, no caso, a PU pura e a PU com aditivada com 10%, 20% e 30% de ATH, e os compósitos de PU+FA e PU+ATH+FA. Durante cada ensaio devem ser registrados os tempos de *Afterflame time* (t_1 e t_2) e *Afterglow time* (t_3), se queima alcança a região que prende o corpo de prova e se o algodão pega fogo devido os resíduos que caem do processo de queima, como já mencionado.

Na Tabela 6 estão apresentados os dados obtidos para a PU pura, nenhuma das amostras ensaiadas pode ser classificada como um material V-0, V-1 ou V-2, pois o tempo de queima ficou acima de 30 segundos, o corpo de prova foi queimado por toda sua extensão e o algodão foi incinerado.

Tabela 6 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical da PU pura.

| Corpo de Prova | $t_1(s)$ | $t_2(s)$ | $t_3(s)$ | Queima até a região que prende o corpo de prova | Algodão pegou fogo |
|----------------|----------|----------|----------|---|--------------------|
| 1 | 90,80 | - | - | Sim | Sim |
| 2 | 84,50 | - | - | Sim | Sim |
| 3 | 92,11 | - | - | Sim | Sim |
| 4 | 80,13 | - | - | Sim | Sim |
| 5 | 92,50 | - | - | Sim | Sim |

Fonte: Autoria própria

Os dados obtidos do ensaio de inflamabilidade vertical da PU com 10% de ATH (de sua massa total) podem ser observados na Tabela 7. A PU com adição de 10% de ATH teve resultados semelhantes a PU pura, não podendo ser classificada como auto extingüível.

Tabela 7 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical da PU + 10% ATH

| Corpo de Prova | $t_1(s)$ | $t_2(s)$ | $t_3(s)$ | Queima até a região que prende o corpo de prova | Algodão pegou fogo |
|----------------|----------|----------|----------|---|--------------------|
| 1 | 98,30 | - | - | Sim | Sim |
| 2 | 104,54 | - | - | Sim | Sim |
| 3 | 109,10 | - | - | Sim | Sim |
| 4 | 98,67 | - | - | Sim | Sim |
| 5 | 107,88 | - | - | Não | Sim |

Fonte: Autoria própria

Na Tabela 8 e Tabela 9, estão apresentados os dados obtidos para a PU com 20% de ATH e PU com 30% de ATH, respectivamente. Houve uma redução nos tempos de extinção de chamas para as poliuretanas com 20% e 30% de ATH, porém ainda ficaram acima dos 30 segundos e o algodão foi incinerado, não podendo ser classificado com um polímero V-0, V-1 ou V-2.

Tabela 8 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical da PU + 20% ATH

| Corpo de Prova | $t_1(s)$ | $t_2(s)$ | $t_3(s)$ | Queima até a região que prende o corpo de prova | Algodão pegou fogo |
|----------------|----------|----------|----------|---|--------------------|
| 1 | 42,70 | 76,34 | - | Sim | Sim |
| 2 | 39,30 | 92,67 | - | Sim | Sim |
| 3 | 38,07 | 96,90 | - | Sim | Sim |
| 4 | 113,51 | - | - | Sim | Sim |
| 5 | 116,50 | - | - | Sim | Sim |

Fonte: Autoria própria

Tabela 9 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical da PU + 30% de ATH.

| Corpo de Prova | t_1 (s) | t_2 (s) | t_3 (s) | Queima até a região que prende o corpo de prova | Algodão pegou fogo |
|----------------|-----------|-----------|-----------|---|--------------------|
| 1 | 48,91 | 48,01 | - | Não | Sim |
| 2 | 39,91 | 75,37 | - | Não | Sim |
| 3 | 41,31 | 62,80 | - | Não | Sim |
| 4 | 52,84 | 59,68 | - | Não | Sim |
| 5 | 40,87 | 71,33 | - | Não | Sim |

Fonte: Autoria própria

Na Tabela 10 estão apresentadas as médias dos tempos de queima, t_1 e t_2 (t_3 não foi obtido em nenhum dos corpos de prova dos materiais), e a classificação de todos os materiais analisados até o momento segundo o ensaio de inflamabilidade vertical.

Tabela 10 - Média e desvio padrão dos ensaios de inflamabilidade na vertical.

| MATERIAL AMOSTRAS | PU PURA | PU+10%A TH | PU+20%ATH | | | PU+30%ATH | | |
|----------------------|----------------|---------------|---------------|---------------|-----------------|--------------|---------------|-----------------|
| | t_1 [s] | t_1 [s] | t_1 [s] | t_2 [s] | $t_1 + t_2$ [s] | t_1 [s] | t_2 [s] | $t_1 + t_2$ [s] |
| 1 | 90,80 | 98,30 | 42,70 | 76,34 | 119,04 | 48,91 | 48,01 | 96,92 |
| 2 | 84,50 | 104,54 | 39,30 | 92,67 | 131,97 | 39,91 | 75,37 | 115,28 |
| 3 | 92,11 | 109,10 | 38,07 | 96,90 | 134,97 | 41,31 | 62,8 | 104,11 |
| 4 | 80,13 | 98,67 | 113,51 | - | 113,51 | 52,84 | 59,68 | 112,52 |
| 5 | 92,50 | 107,88 | 116,5 | - | 116,50 | 40,87 | 71,33 | 112,20 |
| SOMA | 440,04 | 518,49 | 350,08 | 265,91 | 615,99 | 223,84 | 317,19 | 541,03 |
| MÉDIA | 88,01 | 103,70 | 70,02 | 88,64 | 123,20 | 44,77 | 63,44 | 108,21 |
| DESVIO | ±5,46 | ±5,04 | ±41,12 | ±10,86 | ±9,64 | ±5,77 | ±10,69 | ±7,56 |
| CLASSIFICAÇÃO | Ne hu ma | Nenhuma | Nenhuma | | | Nenhuma | | |

Fonte: Autoria própria

De modo geral, segundo os dados da Tabela 10 nenhum dos materiais em estudo puderam ser classificados em V-0, V-1 e V-2 segundo os requisitos da Tabela 4. Houve uma redução do tempo t_1 conforme aumenta a quantidade de ATH nas amostras, exibindo uma extinção de chama mais rápida. Os corpos de prova de PU+30%ATH não foram queimados em toda sua extensão como pode ser visto na Figura 39.

Comparando os resultados obtidos para a PU+20% e PU+30%ATH para os tempos de t_2 também houve uma redução com maior quantidade de ATH. Porcentagens maiores que 30 devem ser testadas posteriormente para avaliar melhor a eficiência da ATH nesse tipo de polímero, pois quando usada nessas proporções, de 10%, 20% e 30%, não houve classificação como auto extingüível.



Figura 39 - Corpos de prova após a realização do ensaio de inflamabilidade na vertical.
Fonte: Autoria própria

Na Tabela 11 estão os resultados obtidos para o compósito de PU+7FA, apresentando tempos t_1 maiores que os apresentados para a PU pura ($88,02 \pm 5,46$ s), levando um maior intervalo de tempo para queimar toda a extensão do corpo de prova, as fibras de algodão atuaram como um retardante na extinção das chamas.

Tabela 11 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical do compósito de PU+7FA.

| Corpo de Prova | t_1 (s) | t_2 (s) | t_3 (s) | Queima até a região que prende o corpo de prova | Algodão pegou fogo |
|----------------|-----------|-----------|-----------|---|--------------------|
| 1 | 147,93 | - | - | Sim | Não |
| 2 | 152,15 | - | - | Sim | Não |
| 3 | 131,79 | - | - | Sim | Não |
| 4 | 143,99 | - | - | Sim | Não |
| 5 | 138,81 | - | - | Sim | Não |

Fonte: Autoria própria.

Para o compósito de PU+ATH+7FA, primeiramente deve ser definido a porcentagem de ATH que será utilizada para a fabricação do mesmo. Com base nos resultados obtidos para a PU aditivada com diferentes proporções de ATH, a que se aproximou mais da classificação como um material auto extingüível foi a PU+30%ATH, porém uma quantidade maior de aditivo deveria ser colocada para melhorar o tempo de extinção do fogo do material. Mas, colocando uma quantidade maior do que 30% da massa total, a resina fica muito densa, sendo inviável para aplicação durante a fabricação do compósito laminado, pois esta deve ser espalhada em toda a área do tecido de fibras de algodão, e como fica muito espessa não é possível realizar tal processo. Portanto, a quantidade de 30% de ATH foi definida para ser aplicada durante a fabricação do compósito, sendo designado como PU+30%ATH+7FA.

Na Tabela 12 estão os tempos obtidos para o compósito de PU+30%ATH+7FA durante o ensaio de inflamabilidade vertical.

Tabela 12 - Dados do ensaio de inflamabilidade vertical do compósito de PU+30%ATH+7FA.

| Corpo de Prova | $t_1(s)$ | $t_2(s)$ | $t_3(s)$ | Queima até a região que prende o corpo de prova | Algodão pegou fogo |
|----------------|----------|----------|----------|---|--------------------|
| 1 | 189,33 | - | - | Sim | Não |
| 2 | 176,50 | - | - | Sim | Não |
| 3 | 168,88 | - | - | Sim | Não |
| 4 | 194,65 | - | - | Sim | Não |
| 5 | 171,01 | - | - | Sim | Não |

Fonte: Autoria própria.

Comparando com os resultados do compósito sem ATH, também há um aumento no tempo de extinção das chamas, como pode ser visto na Tabela 13, porém o corpo de prova também foi queimado em toda a sua extensão, logo compósito de PU+30%ATH+7FA apresentou uma menor velocidade de queima.

Tabela 13 - Média e desvio padrão dos ensaios de inflamabilidade na vertical.

| MATERIAL AMOSTRAS | PU PURA | PU+30%ATH | | | PU+7FA | PU+30%ATH+7FA |
|-------------------|---------------|--------------|--------------|-----------------|---------------|---------------|
| | $t_1 [s]$ | $t_1 [s]$ | $t_2 [s]$ | $t_1 + t_2 [s]$ | $t_1 [s]$ | $t_1 [s]$ |
| 1 | 90,80 | 48,91 | 48,01 | 96,92 | 147,93 | 189,33 |
| 2 | 84,50 | 39,91 | 75,37 | 115,28 | 152,15 | 176,50 |
| 3 | 92,11 | 41,31 | 62,80 | 104,11 | 131,79 | 168,88 |
| 4 | 80,13 | 52,84 | 59,68 | 112,52 | 143,99 | 194,65 |
| 5 | 92,50 | 40,87 | 71,33 | 112,20 | 138,81 | 171,01 |
| SOMA | 440,04 | 223,84 | 317,19 | 541,03 | 714,67 | 900,37 |
| MÉDIA | 88,01 | 44,77 | 63,44 | 108,21 | 142,93 | 180,07 |
| DESVIO | 5,46 | 5,77 | 10,69 | 7,56 | 7,94 | 11,38 |
| CLASSIFICAÇÃO | Nenhuma | Nenhuma | | | Nenhuma | Nenhuma |

Fonte: Autoria própria.

Nenhum dos compósitos testados pode ser classificado como V-0, V-1 ou V-2, não podendo ser classificados como materiais auto extingüíveis a chamas. Na

A ATH não foi eficiente na poliuretana derivada de óleos vegetais e no compósito reforçado com fibras de algodão em relação ao tempo de extinção das chamas. Em proporções maiores do que as aplicadas, de 10%, 20% e 30%, pode haver uma melhora no processo de extinção do fogo, houve só uma redução de velocidade no processo de queima do material.

7.1.2 Ensaio de Inflamabilidade Horizontal

Nos ensaios de inflamabilidade horizontal, o material é classificado quanto a sua velocidade de queima, dada em mm/min. Para a realização de tal ensaio, são necessários 10 corpos de prova para cada tipo de material, porém como já descrito anteriormente, se a chama ultrapassar a marcação de 25 mm, em três corpos de provas já são o suficiente para a validação do ensaio. Vale destacar que durante a realização se faz necessário a cronometragem do tempo após a chama atingir a marcação de 25 mm e a distância em que a chama se extinguiu.

Na Tabela 14, Tabela 15, Tabela 16 e Tabela 17 estão apresentados os dados obtidos no ensaio, juntamente com suas velocidades já calculadas, da PU pura, da PU aditivada com 10% de ATH, da PU aditivada com 20% de ATH e da PU aditivada com 30% de ATH, respectivamente.

Tabela 14 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal da PU PURA.

| Corpos de Prova | T (min) | L (mm) | v (mm/min) |
|-----------------|---------|--------|------------|
| 1 | 3,22 | 75,00 | 23,44 |
| 2 | 3,60 | 75,00 | 20,83 |
| 3 | 3,87 | 75,00 | 19,38 |

Fonte: Autoria própria

Tabela 15 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal da PU + 10% de ATH

| Corpos de Prova | T (min) | L (mm) | v (mm/min) |
|-----------------|---------|--------|------------|
| 1 | 6,25 | 75,00 | 12,00 |
| 2 | 4,83 | 54,00 | 11,18 |
| 3 | 5,35 | 75,00 | 14,02 |

Fonte: Autoria própria

Tabela 16 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal da PU + 20% de ATH

| Corpos de Prova | T (min) | L (mm) | v (mm/min) |
|-----------------|---------|--------------------|------------|
| 1 | 6,07 | 69,00 | 11,37 |
| 2 | 5,67 | 75,00 | 13,23 |
| 3 | 0,34 | Não alcançou 25 mm | - |
| 4 | 0,50 | Não alcançou 25 mm | - |
| 5 | 5,95 | 75 | 12,6 |
| 6 | 4,50 | 35,00 | 7,70 |

Fonte: Autoria própria

Tabela 17 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal da PU + 30% de ATH

| Corpos de Prova | T (min) | L (mm) | v (mm/min) |
|------------------------|----------------|--------------------|-------------------|
| 1 | 0,42 | Não alcançou 25 mm | - |
| 2 | 0,82 | Não alcançou 25 mm | - |
| 3 | 0,55 | Não alcançou 25 mm | - |
| 4 | 0,35 | Não alcançou 25 mm | - |
| 5 | 0,78 | Não alcançou 25 mm | - |
| 6 | 1,37 | Não alcançou 25 mm | - |
| 7 | 1,30 | Não alcançou 25 mm | - |
| 8 | 0,47 | Não alcançou 25 mm | - |
| 9 | 0,91 | Não alcançou 25 mm | - |
| 10 | 1,01 | Não alcançou 25 mm | - |

Fonte: A autoria própria

De acordo com os resultados da Tabela 14, Tabela 15, Tabela 16 e Tabela 17, pode-se observar que a PU pura ($21,22 \pm 2,06$ mm/min) apresenta uma maior velocidade de queima em relação a poliuretana aditivada com 10 e 20% de ATH (aproximadamente 11 mm/min), uma diferença de praticamente 50% na velocidade de propagação da chama. Não foi possível calcular a velocidade da poliuretana aditivada com 30 % de ATH, pois os 10 corpos de prova não ultrapassaram a marca de 25 mm inicial, demonstrando a influência deste percentual de ATH no resultado na propagação da chama na amostra. A Figura 40 mostra os corpos de prova da PU pura e da mesma aditivada com 10%, 20% e 30% de ATH após o ensaio de inflamabilidade na horizontal.

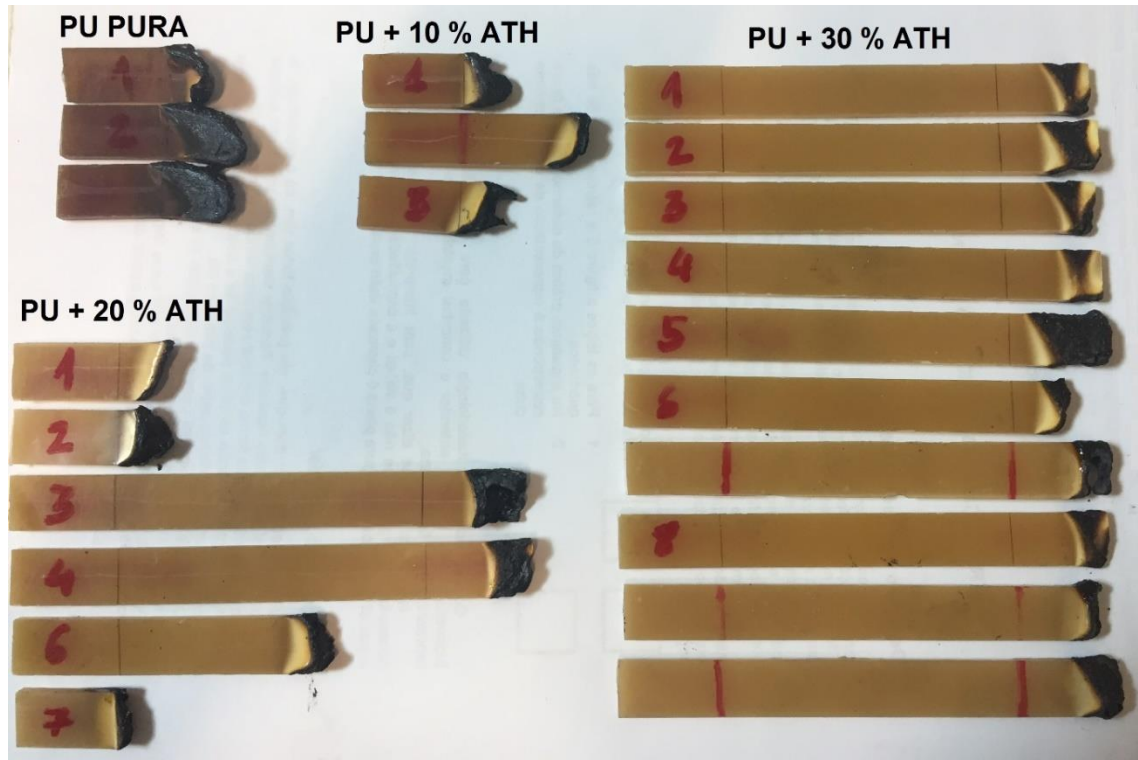


Figura 40 - Corpos de prova após o ensaio de inflamabilidade na horizontal
Fonte: Autoria própria

Para os compósitos de PU+7FA e PU+30%ATH+7FA os resultados obtidos estão descritos nas Tabelas 18 e Tabela 19, respectivamente. Comparando os resultados, tem-se uma redução significativa na velocidade de propagação das chamas para o compósito aditivado com ATH (aproximadamente 10 mm/min), praticamente 1/3 do valor apresentado pelo compósito com matriz em PU pura (30 mm/min).

Tabela 18 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal do compósito de PU+7FA.

| Corpos de Prova | T (min) | L (mm) | v (mm/min) |
|-----------------|---------|--------|------------|
| 1 | 2,53 | 75,00 | 29,64 |
| 2 | 2,48 | 75,00 | 30,24 |
| 3 | 2,50 | 75,00 | 30,00 |

Fonte: Autoria própria

Tabela 19 - Dados do ensaio de inflamabilidade horizontal do compósito de PU+30%ATH+7FA.

| Corpos de Prova | T (min) | L (mm) | v (mm/min) |
|-----------------|---------|--------|------------|
| 1 | 5,18 | 52,00 | 10,04 |
| 2 | 1,55 | 11,00 | 7,10 |
| 3 | 2,77 | 26,00 | 9,39 |

Fonte: Autoria própria

Na Tabela 20 pode ser visto todas as médias de velocidade de propagação de chamas para os materiais ensaiados, descritos anteriormente. O compósito de PU+7FA é o que apresenta maior velocidade ($29,96 \pm 0,30$ mm/min) e o compósito de PU+30%ATH+7FA foi o que exibiu a menor velocidade de queima ($8,84 \pm 1,54$ mm/min). Logo, com a aplicação da ATH houve uma redução significativa da velocidade, porém, como já discutido anteriormente, em relação à extinção das chamas a ATH não foi eficiente.

Tabela 20 - Média e desvio padrão das velocidades de queima no ensaio horizontal.

| Corpo de Prova | Média ± Desvio Padrão | Classificação |
|----------------------|-----------------------|---------------|
| Velocidade de queima | | |
| PU Pura | $21,22 \pm 2,06$ | HB |
| PU+10%ATH | $12,04 \pm 1,46$ | HB |
| PU+20%ATH | $11,22 \pm 2,47$ | HB |
| PU+30%ATH | - | HB |
| PU+7FA | $29,96 \pm 0,30$ | HB |
| PU+30%ATH+7FA | $8,84 \pm 1,54$ | HB |

Fonte: Autoria própria

Todos os materiais foram classificados como HB, segundo a norma ASTM D635-14, exibiram uma velocidade de queima abaixo de 40 mm/min ou não houve a propagação da chama após a marcação de 25 mm.

A ATH atuou nos materiais em estudo, nas condições testadas, somente como um excelente redutor de velocidade de propagação das chamas, mas com pouca eficiência na extinção do fogo.

7.2 Ensaio de Tração

Na sequência serão apresentados e discutidos todos os resultados dos ensaios de tração realizados nos materiais em estudo.

7.2.1 Poliuretana Pura (PU pura)

Foram ensaiados quatro corpos de prova (CDP's) de PU pura, mantendo as mesmas condições no momento da fabricação. Os mesmos foram fabricados em proporção de 1:1 (componentes AG201+ AG201), mantidos no vaso de pressão durante 24 horas a 4 MPa durante o processo de cura. Os corpos de prova de PU pura que foram ensaiados, segunda a Norma ASTM D638 – 96, com a utilização do processo de CID, para maior exatidão dos resultados, a uma velocidade de 5 mm/min e 2 mm/min. No processo de CID é utilizado um método de pintura na superfície do corpo de prova que em alguns casos houve um descolamento da camada de tinta (Figura 41), impossibilitando coletar todos dos dados até a ruptura da amostra.



**Figura 41 – Descolamento da Camada de tinta durante o ensaio de tração.
Fonte: Autoria própria.**

Na Figura 42 estão representadas as curvas de tensão-deformação obtidas através do ensaio de tração dos corpos de prova (CDP) 1, 2, 3 e 4 de PU pura. Como pode ser visto no gráfico, o módulo de elasticidade e a tensão máxima obtidas mantiveram os valores bem próximos quando aplicado mesma velocidade de avanço do travessão da máquina, de 2mm /min (CDP1 e CDP2) e 5mm/min (CDP3 e CDP4), havendo repetitividade dos resultados. O valor médio do módulo de elasticidade e da tensão máxima foram de 1,703 GPa e 39,715 MPa (Figura 42 (e)) respectivamente. Ainda na Figura 42, pode ser observado que a deformação se manteve próxima a 7% para todos os CDP's ensaiados e o valor médio para coeficiente de Poisson obtido pela PU pura foi de 0,440.

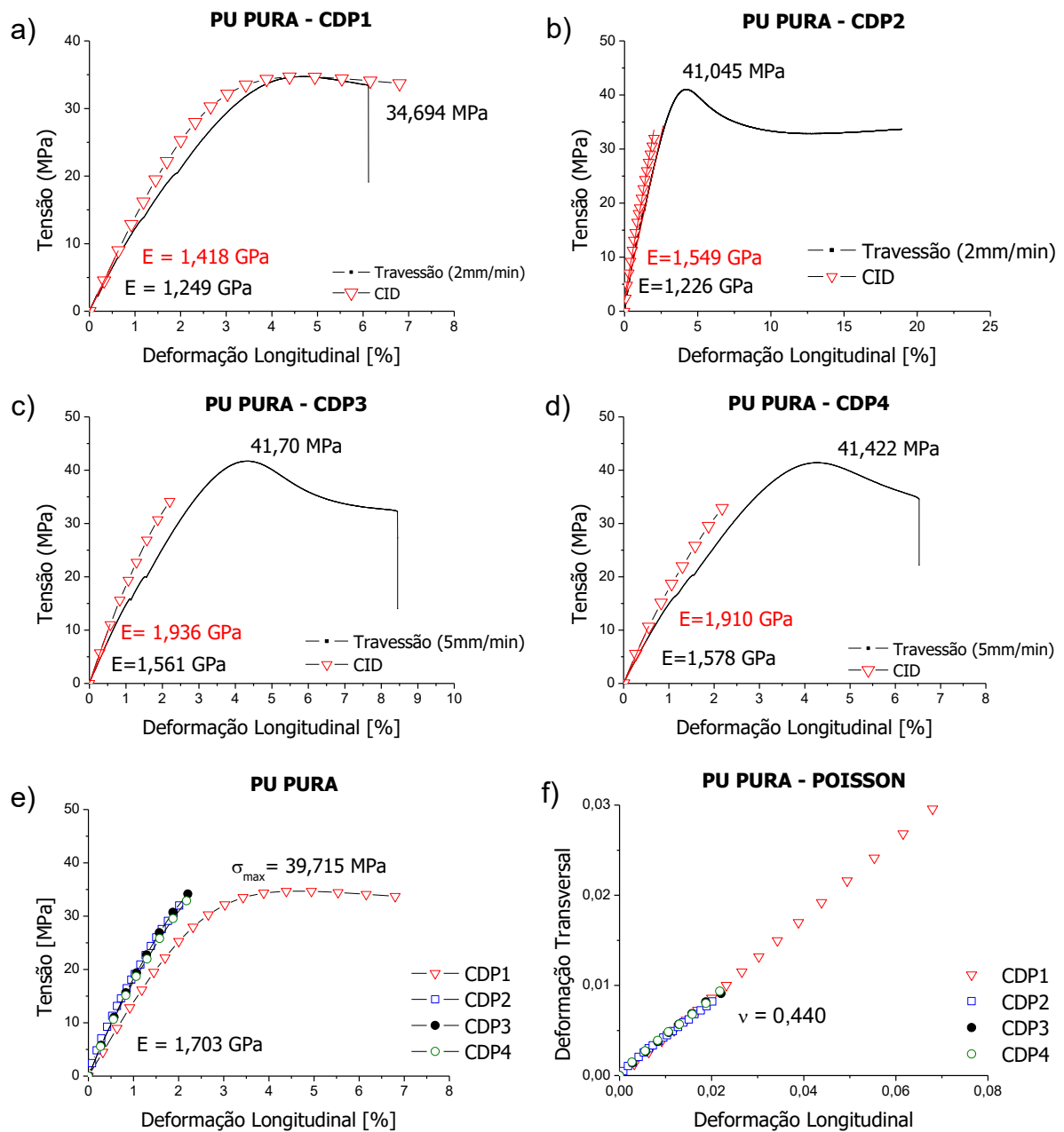


Figura 42 – a) Curva tensão-deformação do CDP1 de PU pura, b) CDP2 de PU pura, c) CDP3 de PU pura, d) CDP4 de PU pura, e) Curva tensão-deformação dos CDP's de PU pura e f) Curva Deformação Transversal-Deformação Longitudinal para cálculo do coeficiente de Poisson.
 Fonte: Autoria própria.

7.2.2 Poliuretana aditivada com Alumina Tri-hidratada

Foram ensaiados cinco corpos de prova (CDP's) de PU aditivada com 10%, 20% e 30% de ATH, mantendo as mesmas condições no momento da fabricação. Os corpos de prova de PU aditivada com ATH foram ensaiados, segunda a Norma

ASTMD638–96, com a utilização do processo de CID a uma velocidade de 5 mm/min.

7.2.2.1 PU aditivada com 10%ATH (PU+10%ATH)

Na Figura 43 estão apresentadas as curvas de tensão-deformação dos CDP's de PU aditivada com 10% de ATH e o valor do coeficiente de Poisson obtido.

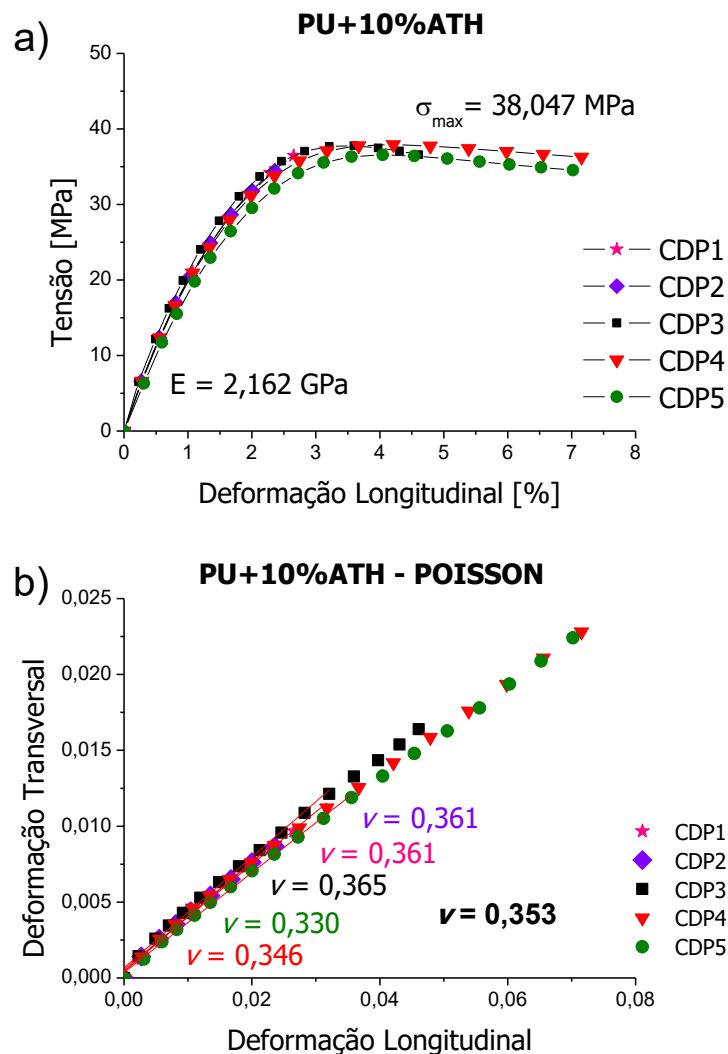


Figura 43 – a) Curva tensão-deformação dos CDP's de PU+10%ATH. b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal.

Fonte: Autoria própria.

Com a adição de 10% de ATH, a PU aditivada apresentou um aumento no módulo de elasticidade, porém a carga máxima média suportada (38,047 MPa) se manteve praticamente a mesma quando comparada com a PU pura (39,715 MPa). O

módulo de elasticidade da PU pura é de 1,703 GPa e para a PU aditivada com 10% ATH o valor teve um acréscimo de 27%, obtendo um $E=2,162$ GPa. O valor do coeficiente de Poisson exibido pela PU+10%ATH foi de 0,353, valor mais baixo do que o apresentado pela PU pura (0,440).

7.2.2.2 PU aditivada com 20%ATH (PU+20%ATH)

Na Figura 44 estão apresentadas as curvas de tensão-deformação dos CDP's de PU aditivada com 20% de ATH e o valor do coeficiente de Poisson obtido para cada corpo de prova e o valor médio em negrito.

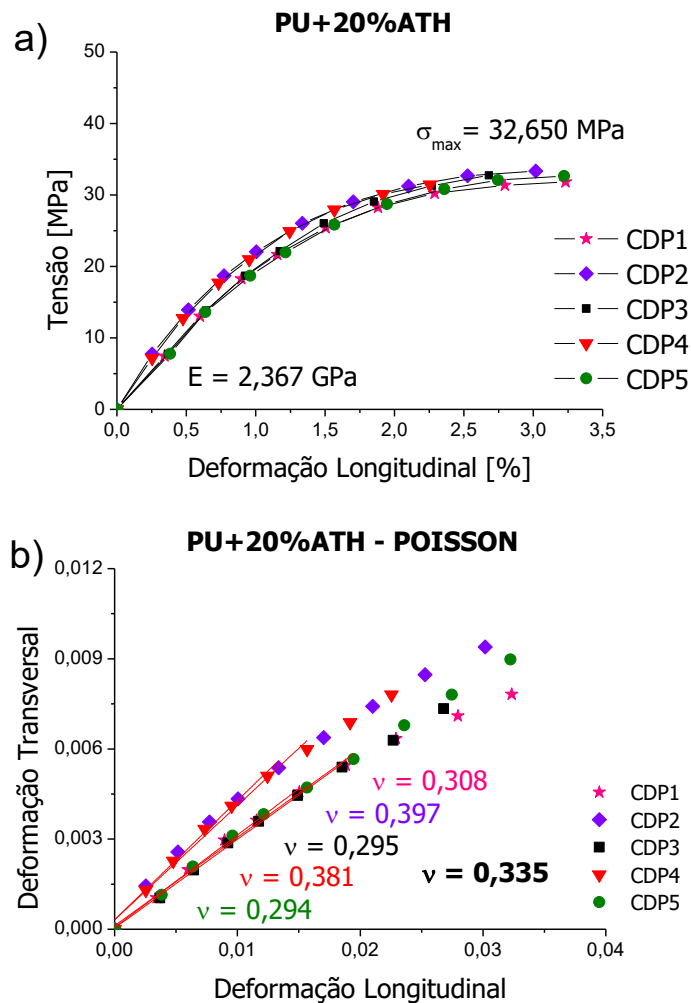


Figura 44 – a) Curva tensão-deformação dos CDP's de PU+20%ATH. b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal.

Fonte: Autoria própria.

A PU aditivada com 20%ATH apresentou um aumento no módulo de elasticidade, mas com uma carga máxima média suportada (32,650 MPa) mais baixa quando comparada com a PU pura (39,715 MPa), uma queda de aproximadamente 20%. O módulo de elasticidade da PU aditivada com 20% ATH teve um acréscimo de 39% em relação a PU pura, obtendo um $E=2,367$ GPa. O valor do coeficiente de Poisson exibido pela PU+20%ATH foi de 0,335, valor mais baixo do que o apresentado pela PU pura (0,440) e pela PU+10%ATH (0,353).

7.2.2.3 PU aditivada com 30%ATH (PU+30%ATH)

Na Figura 45 estão apresentadas as curvas de tensão-deformação dos CDP's de PU aditivada com 30% de ATH e o valor do coeficiente de Poisson obtido para cada corpo de prova e o valor médio em destaque.

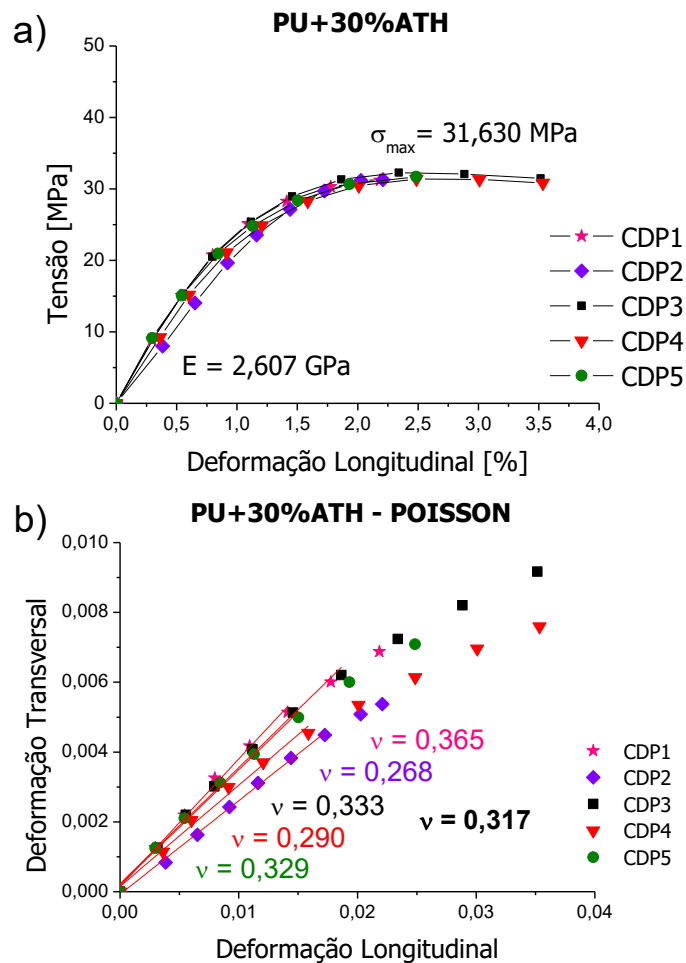


Figura 45 – a) Curva tensão-deformação dos CDP's de PU+20%ATH. b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal.

Fonte: Autoria própria.

A tensão máxima média exibida pela PU+30%ATH foi de 31,630 MPa, valor mais baixo que todas as outras poliuretanas aditivadas ensaiadas. O módulo de elasticidade da PU aditivada com 30% ATH é 2,607 GPa e o valor do coeficiente de Poisson exibido foi de 0,317, valor mais baixo do que o apresentado pela PU pura (0,440), pela PU+10%ATH (0,353) e pela PU+20%ATH (0,335), indicando que quanto maior a quantidade de alumina tri-hidratada no polímero menor a relação da deformação transversal com deformação longitudinal, obtendo um material mais rígido e frágil. A Figura 47 mostra um CDP fraturado de PU+30%ATH, exibindo uma ruptura característica de um material mais frágil.



**Figura 46 – Corpo de prova fraturado da PU+30%ATH.
Fonte: Autoria própria.**

7.2.3 Compósito de Poliuretana reforçada com fibras de algodão (PU+FA)

As placas do compósito laminado de PU+FA, foram produzidas com 7 lâminas de tecido de algodão todas empilhadas com o mesmo alinhamento das fibras, logo laminados com definição de $[0^\circ]_7$, e também com empilhamento alternado, uma camada alinhada a 0° e outra a 90° até chegar à quantidade total de 7 lâminas de tecido. Dos laminados de $[0^\circ]_7$ foram retirados os corpos de prova de tração segundo a Norma ASTM D3039/D3039M, com as fibras orientadas a 0° , com o corte na direção longitudinal das fibras, e com fibras orientadas a 90° , com corte transversal as fibras. E dos laminados com empilhamento alternado de 0° e 90° foram retirados

os CDP's com orientação de $\pm 45^\circ$, com corte na direção de 45° em relação a orientação das fibras.

Ensaio quase estático de tração foram realizados em 3 CDP's de PU com 7 camadas de tecido de FA orientadas a 0° , foi reduzida a quantidade de corpos de prova devido à repetitividade apresentada nos resultados, na Figura 47 estão representadas as curvas de tensão-deformação desses CDP's, os quais apresentaram comportamento semelhantes entre si. A tensão máxima média alcançada foi de 78,338 MPa e o módulo de elasticidade a tração de 3,612 GPa, valores praticamente duas vezes maiores do que os encontrados para a PU sem reforço, como pode ser visto na Figura 47 d). A relação da deformação transversal com a longitudinal pode ser vista na Figura 48, com valores praticamente iguais para o coeficiente de Poisson para cada CDP, com uma média de 0,417.

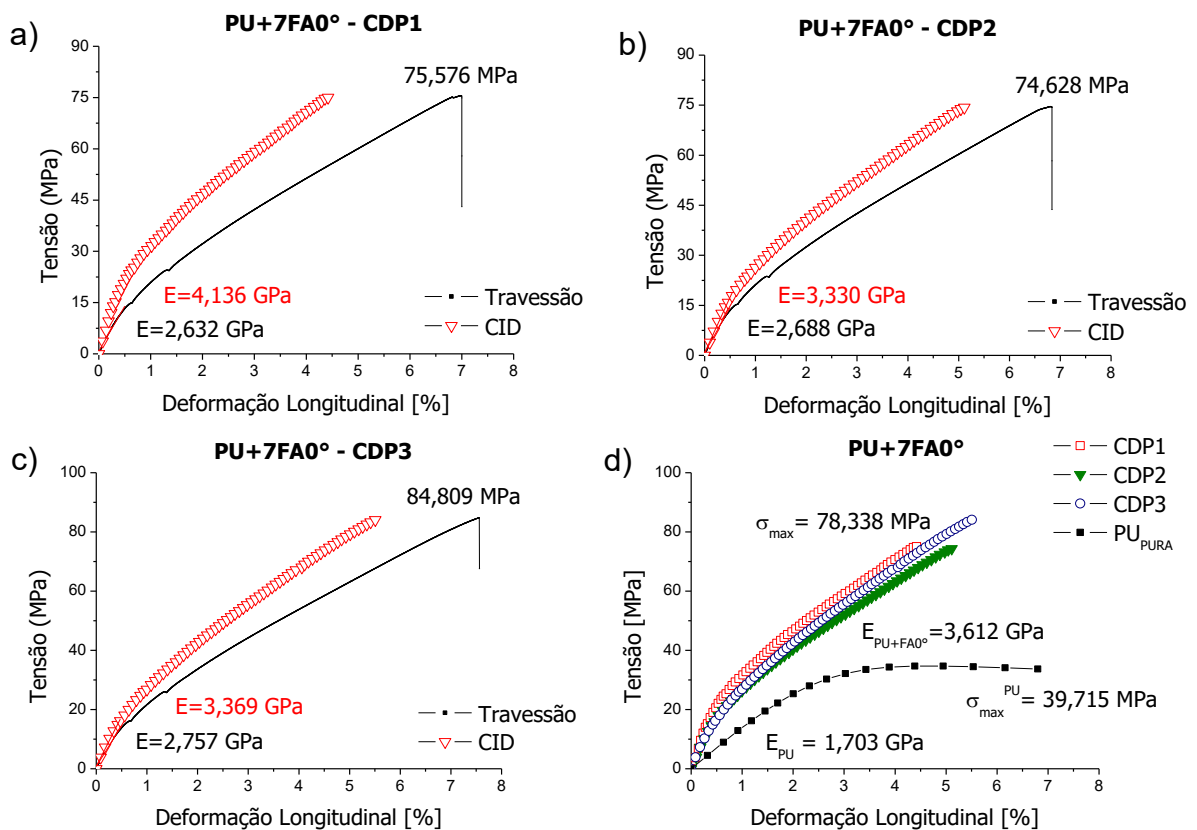


Figura 47 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do composto de PU+7FA orientadas a 0° dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's.

Fonte: Autoria própria.

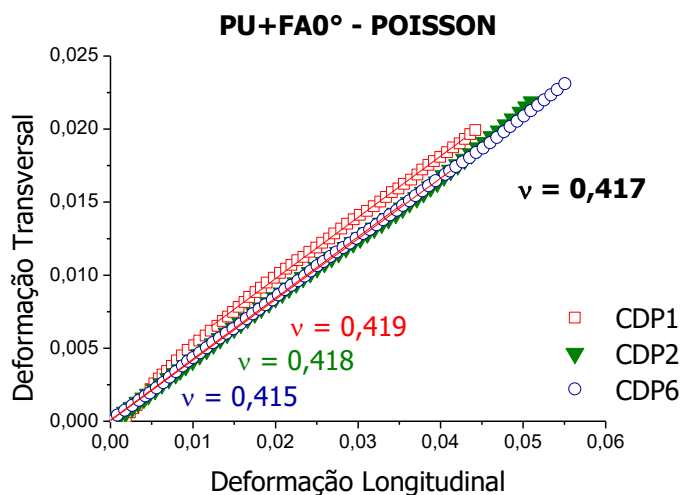


Figura 48 – Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU com 7 lâminas de FA orientadas a 0° dos corpos de prova (CDP's).

Fonte: Autoria própria.

Os testes de tensão uniaxial do laminado de PU+7FA com orientação a $\pm 45^\circ$ foram realizados de acordo com a norma ASTM D3039. Usando expressões derivadas da teoria de placas laminadas (todas descritas no tópico de Materiais e Métodos), a tensão de cisalhamento no plano no sistema de coordenadas do material é calculada diretamente a partir da carga axial aplicada e a tensão de cisalhamento relacionada é determinada a partir de dados de deformação normais longitudinais e transversais obtidos por transdutores ou como no caso deste trabalho, através do processo de CID. Estes dados são usados para criar uma curva de tensão de cisalhamento – deformação de cisalhamento no plano.

Foram realizados os ensaios quase estáticos de tração em 3 CDP's de PU com 7 camadas de tecido de FA orientadas a $\pm 45^\circ$, como mostrado na Figura 49 estão representadas as curvas de tensão-deformação longitudinal exibida pelo compósito, com resultados repetitivos para todos os CDP's ensaiados. A tensão máxima média alcançada foi de 32,692 MPa e o módulo de elasticidade a tração de 2,127 GPa (em relação ao sistema global do laminado), valores semelhantes dos encontrados na PU aditivada com 20% de ATH, como pode ser visto na Figura 49a. O coeficiente de Poisson dos compósitos laminados depende da construção do laminado e do ângulo de orientação das fibras. Para diferentes orientações das fibras há diferentes coeficientes de Poisson, dentro destes valores, máximos e mínimos que podem ser obtidos através de métodos numéricos, como foi discutido no trabalho de Miki e Murotsu (1989). Para compósitos já foram encontrados coeficientes de Poisson variando de -0,414 até 1,97, materiais designados por

auxéticos, o coeficiente de Poisson apresenta valores negativos, quando se alonga um pedaço de material auxético, as dimensões da sua secção transversal aumentam (CAETANO, 2010-2014). A relação da deformação transversal com a longitudinal pode ser vista na Figura 49b, exibindo um valor médio do coeficiente de Poisson de 1,044. Um coeficiente de Poisson de aproximadamente 1 indica que o material sofre estricção na mesma proporção em que sofre o alongamento.

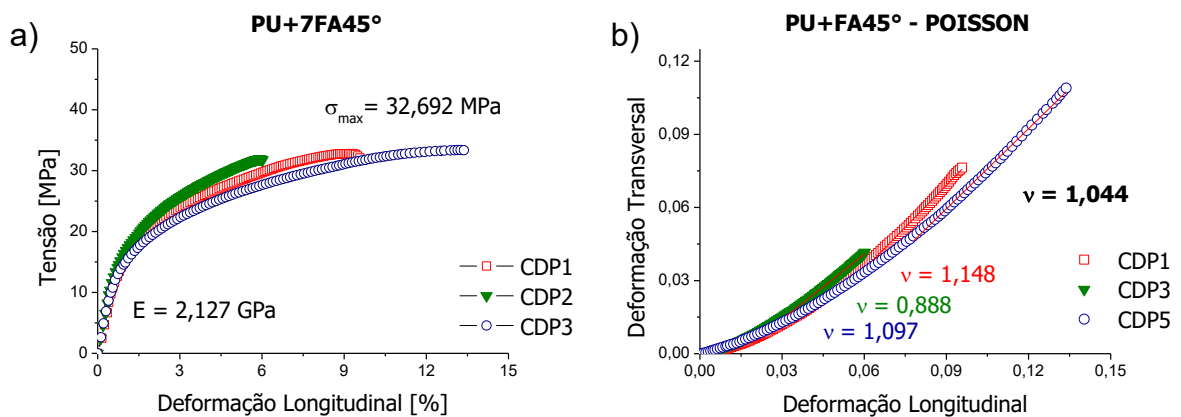


Figura 49 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU+7FA a $\pm 45^\circ$ e b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU+7FA a $\pm 45^\circ$. Fonte: Autoria própria.

Como mencionado anteriormente, os compósitos laminados com orientação a $\pm 45^\circ$ são utilizados para determinar propriedades do material segundo o cisalhamento plano. O módulo de elasticidade cisalhante ou módulo transversal (G) obtido para o compósito de PU+7FA foi de 0,878 e a tensão cisalhante máxima média obtida foi de 16,348 MPa (Figura 50). Percebe-se também que os CDPs apresentaram comportamento muito semelhante e o limite de proporcionalidade muito aproximado, o que significa que o procedimento de preparação das lâminas e seu empilhamento foram bem elaborados.

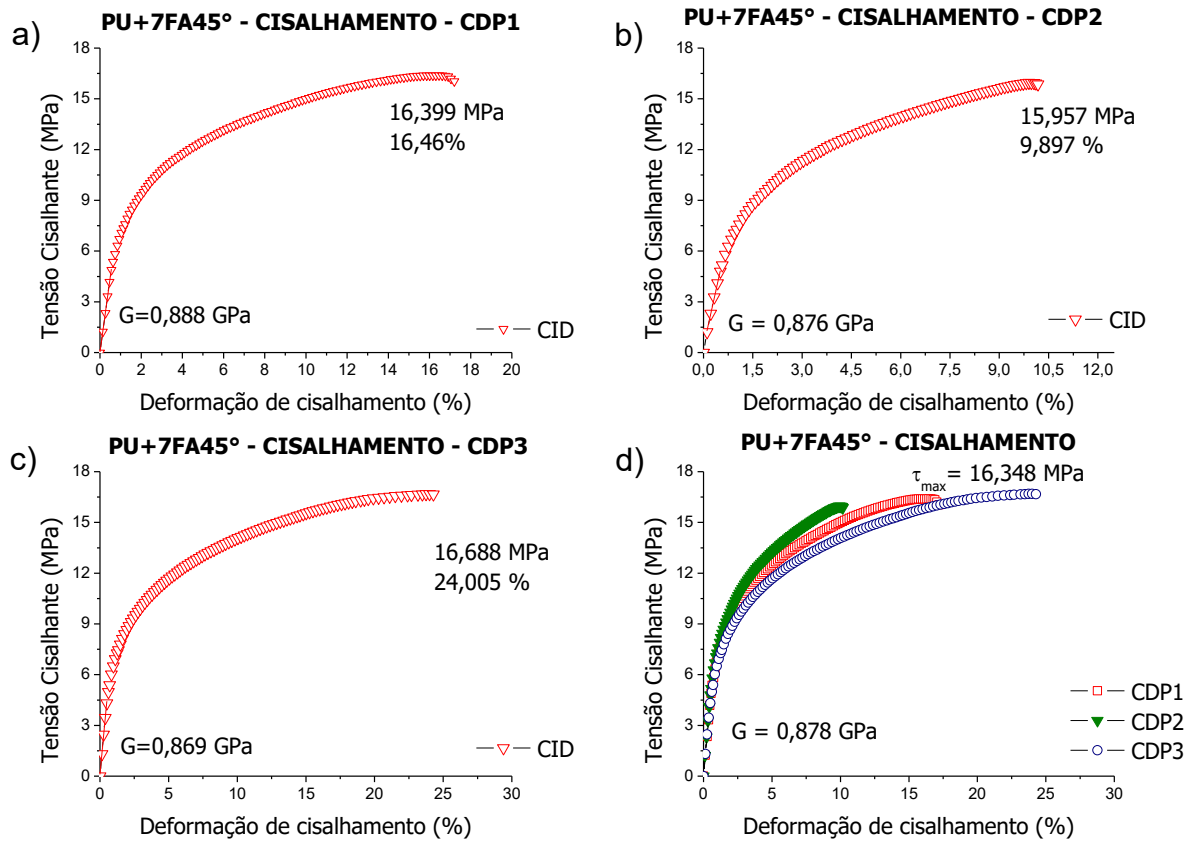


Figura 50 – Curvas de Tensão Cisalhante-Deformação de cisalhamento do compósito de PU+7FA a $\pm 45^\circ$ dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's. Fonte: Autoria própria.

Na Figura 51 pode ser visto o CDP fraturado do compósito de PU+7FA com orientação de $\pm 45^\circ$, exibindo a ruptura na direção de $+45^\circ$ indicando que as fibras foram alinhadas adequadamente, porém com presença de *pull out* e separação de camadas, tendo em vista que as lâminas são intercaladas.



Figura 51 – Corpo de prova fraturado do compósito de PU+7FA com orientação a $\pm 45^\circ$. Fonte: Autoria própria.

Para os compósitos com fibras orientadas a 90° , os resultados obtidos apresentaram uma grande queda na tensão máxima e no módulo de elasticidade,

quando comparados com os que possuem as fibras na mesma direção da força aplicada, como pode ser visto na Figura 52. Este tipo de comportamento mecânico em compósitos orientados com fibras já é esperado segundo a literatura. Quanto maior o ângulo, em um intervalo de 0° a 90°, de orientação das fibras menor a carga suportada. Como nos resultados anteriores, os dois CDP's apresentaram propriedades mecânicas semelhantes, sendo o valor da tensão máxima de aproximadamente 11,560 MPa e o módulo de Young de 1,079 GPa. O coeficiente de Poisson médio obtido foi de 0,081, muito menor do que todos os resultados anteriores discutidos.

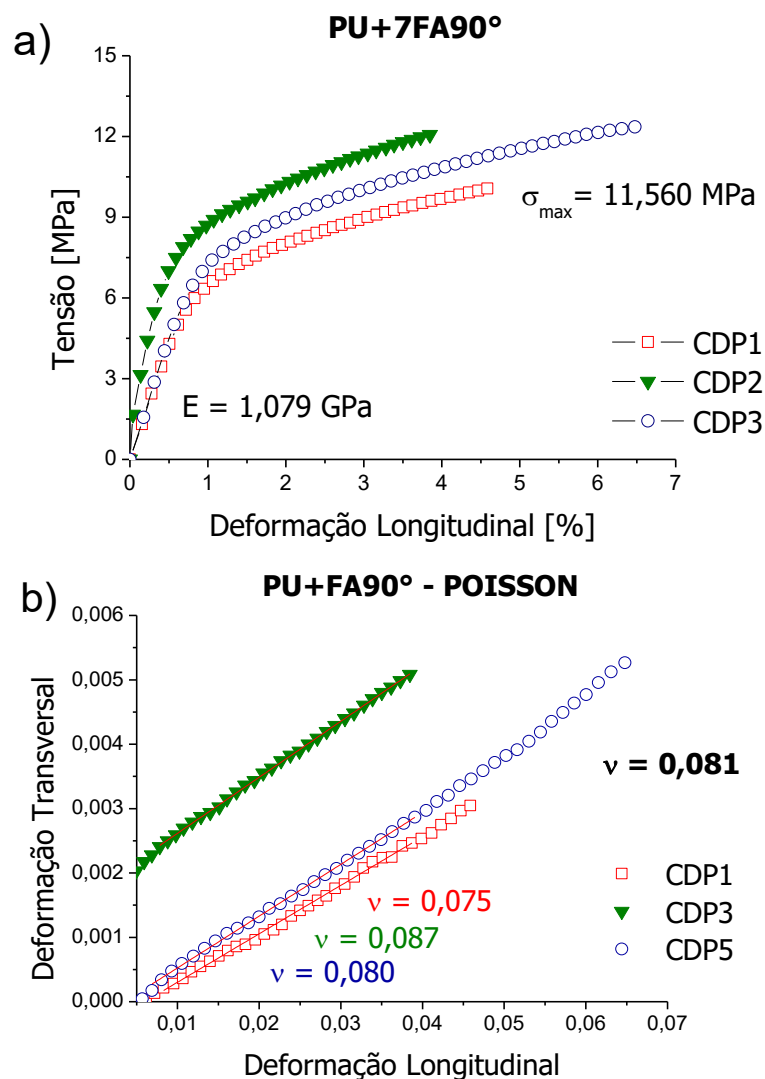


Figura 52 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU+7FA orientadas a 90° dos corpos de prova. e b) Coeficiente de Poisson do compósito de PU+7FA orientadas a 90° dos corpos de prova.

Fonte: Autoria própria.

Misonon, *et. al.* (2014) catalogou vários trabalhos presentes na literatura que foram utilizados tecidos de fibras naturais como reforço em resinas, como mostra a

Tabela 21, indicando as propriedades mecânicas de tração e flexão dos compósitos. Analisando dos dados presentes na Tabela 21, a máxima tensão a tração do compósito PU+7FA (74 a 84 MPa) apresentou valores compatíveis com os presentes na literatura, pois a tensão máxima foi obtida para o compósito de juta, com um intervalo de 22,06 MPa a 92 MPa. Os compósitos de tecido de fibra natural que apresentaram módulo de Young maior que 3 GPa foram o de juta e o de cânhamo. Portanto, o compósito em estudo possui características singulares quando comparado com os da literatura.

Tabela 21 – Propriedades mecânicas de resinas reforçadas com tecidos de fibras naturais.

| Tipos de Fibras | Tração | | Flexão | | |
|-----------------------------------|---------------------|------------------|----------------|---------------------|--------------|
| | Máxima Tensão [MPa] | Módulo E [GPa] | Deformação [%] | Máxima Tensão [MPa] | Módulo [GPa] |
| Tecido de linho | 54,60-81,90 | 0,90-1,80 | 1,70-19,10 | 20,90-75,00 | 0,75-7,50 |
| Tecido de juta | 22,60-92,00 | 2,23-7,20 | - | 86,00-134,00 | 5,50-6,50 |
| Tecido de Cânhamo | 63,00-69,00 | 3,00-4,30 | 4,20-7,10 | 14,70-60,50 | 3,20-4,40 |
| Tecido de rami | 31,00-44,00 | - | - | 67,00-92,00 | 4,20-6,20 |
| Tecido de bambu | 48,72-77,58 | 0,98-1,75 | 9,80-14,59 | 104,80-149,30 | 1,20-2,29 |
| <i>Tecido de algodão (PU+7FA)</i> | <i>74,00-84,00</i> | <i>3,40-4,10</i> | - | - | - |

Fonte: Adaptado de Misnon, et al, 2014.

7.2.4 Compósito de Poliuretana aditivada com ATH e reforçada com fibras de algodão (PU+ATH+FA)

Com base nas análises das propriedades mecânicas e de inflamabilidade obtidas para as poliuretanas aditivadas com diferentes proporções de ATH (10%, 20% e 30%) a que mais se adequou para ser aplicada como matriz do compósito de PU+ATH+FA foi a proporção de 30%. Mesmo não apresentando classificação como um material auto extingüível foi o que se aproximou mais de tal característica, e ainda apresentou uma velocidade de queima reduzida (não podendo ser calculada, pois a chama não passou da marcação de 25 mm e já se extinguiu) comparada com a PU pura e a PU aditivada com 10% e 20% de ATH. Em relação às propriedades mecânicas, a PU+30%ATH exibiu um maior módulo de elasticidade, indicando ser

um material mais rígido, porém com uma redução na carga máxima suportada em relação a PU pura, logo estas alterações não impossibilitariam as aplicações destinadas do compósito em estudo.

O compósito laminado de PU+ATH+FA foi fabricado com matriz de PU+30%ATH e com 7 lâminas de tecido de algodão, todas empilhadas com o mesmo alinhamento das fibras, logo laminados com classificação de $[0^\circ]_7$, e também com empilhamento alternado, uma camada alinhada a 0° e outra a 90° até chegar à quantidade total de 7 lâminas de tecido. Dos laminados de $[0^\circ]_7$ foram retirados os corpos de prova de tração segundo a Norma ASTM D3039/D3039M, com as fibras orientadas a 0° e a 90° , com auxílio de um disco de corte, e dos com empilhamento alternado de 0° e 90° foram retirados os CDP's com orientação de $\pm 45^\circ$.

Ensaio quase estático de tração foram realizados em 3 CDP's de PU aditivada com 30% com 7 camadas de tecido de FA orientadas a 0° , na Figura 53 estão representadas as curvas de tensão-deformação exibidas pelo compósito. A tensão máxima média alcançada foi de 60,280 MPa e o módulo de elasticidade a tração de 4,733 GPa, sendo que a carga máxima suportada reduziu cerca de 25% o valor alcançado pelo compósito de PU+7FA. Na Figura 54 pode ser visto a relação da deformação transversal com a longitudinal com valores semelhantes do coeficiente de Poisson para cada CDP, com uma média de 0,195. Essa redução do coeficiente de Poisson em relação ao compósito de PU+7FA (0,417) indica que o material sofre uma estrição menor em relação à deformação longitudinal sofrida, representando um material mais rígido.

Nos resultados da PU aditivada com 30% ATH houve um aumento do módulo de elasticidade a tração (2,607 GPa) e uma queda na carga máxima suportada (31,630 MPa) quando comparada com a PU pura (1,703 GPa e 39,715). Como neste compósito a matriz utilizada foi a PU aditivada, as alterações das propriedades mecânicas do material seguiram o mesmo comportamento quando se utiliza a PU pura como matriz. Obtendo praticamente o dobro do módulo de elasticidade e da tensão máxima para o compósito laminado de PU+30%ATH+7FA, quando comparado com as propriedades da matriz isoladamente.

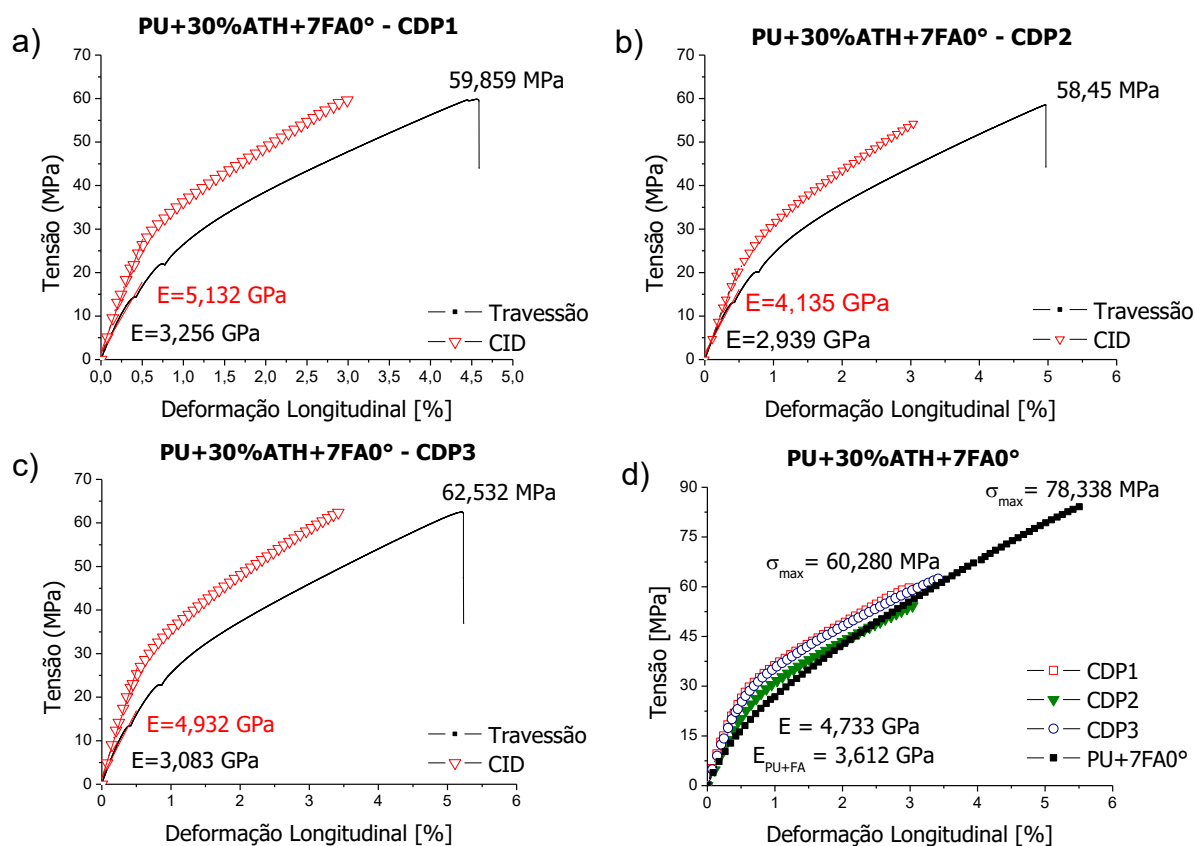


Figura 53 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU+30%ATH+7FA com orientação a 0° dos corpos de prova a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's.
Fonte: Autoria própria.

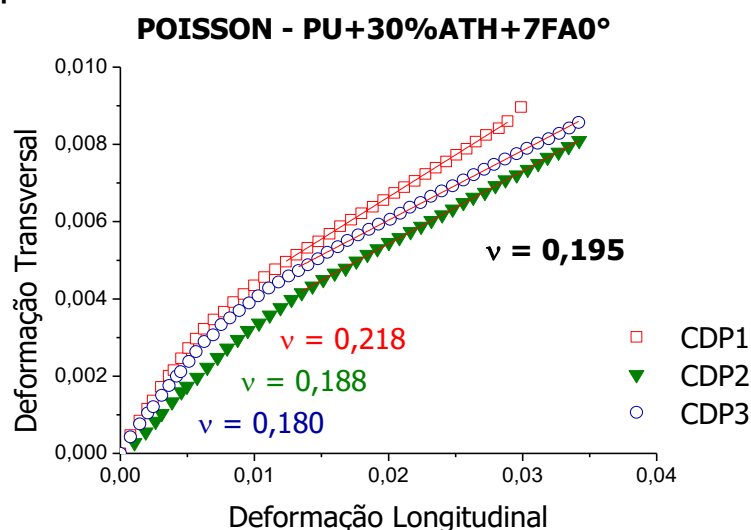


Figura 54 – Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU+30%ATH+7FA com orientação a 0° dos CDP's.
Fonte: Autoria própria.

Ensaio de tração foram realizados em 3 CDP's de PU aditivada com 30% ATH reforçada 7 camadas de tecido de FA orientadas a $\pm 45^\circ$, na Figura 55 estão representadas as curvas de tensão-deformação longitudinal exibida pelo compósito. A tensão máxima média alcançada foi de 19,792 e o módulo de elasticidade a tração

de 2,425 GPa (sistema de coordenadas global do laminado), como pode ser visto na Figura 55a. A relação da deformação transversal com a longitudinal pode ser vista na Figura 55b, o valor médio do coeficiente de Poisson é de 0,502. Um coeficiente de Poisson de aproximadamente 1 que foi observado no compósito de PU+7FA a $\pm 45^\circ$ indica que o material sofre estricção na mesma proporção em que sofre o alongamento, porém neste compósito houve uma redução de 50% do valor, mostrando ser um material mais rígido novamente.

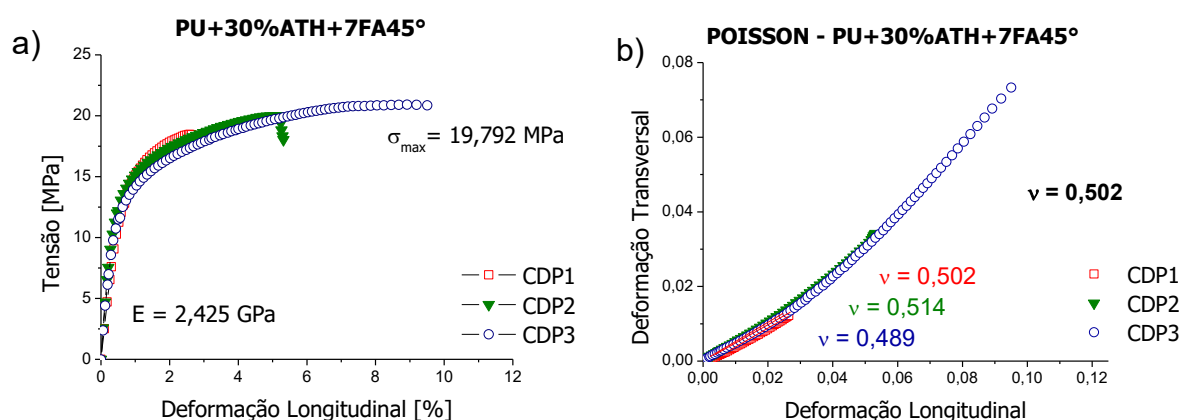


Figura 55 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU+30%ATH+7FA a $\pm 45^\circ$ e b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU+30%ATH+7FA a $\pm 45^\circ$.

Fonte: Autoria própria.

O módulo de elasticidade cisalhante ou módulo transversal (G) obtido para o compósito de PU+30%ATH+7FA foi de 0,923 e a tensão cisalhante máxima média obtida foi de 9,894 MPA (Figura 56(d)). Comparado com o compósito de PU+7FA (16,348 MPA) a $\pm 45^\circ$ este apresentou uma queda na tensão cisalhante máxima e um pequeno aumento do módulo transversal, indicando uma menor resistência a um esforço cortante.

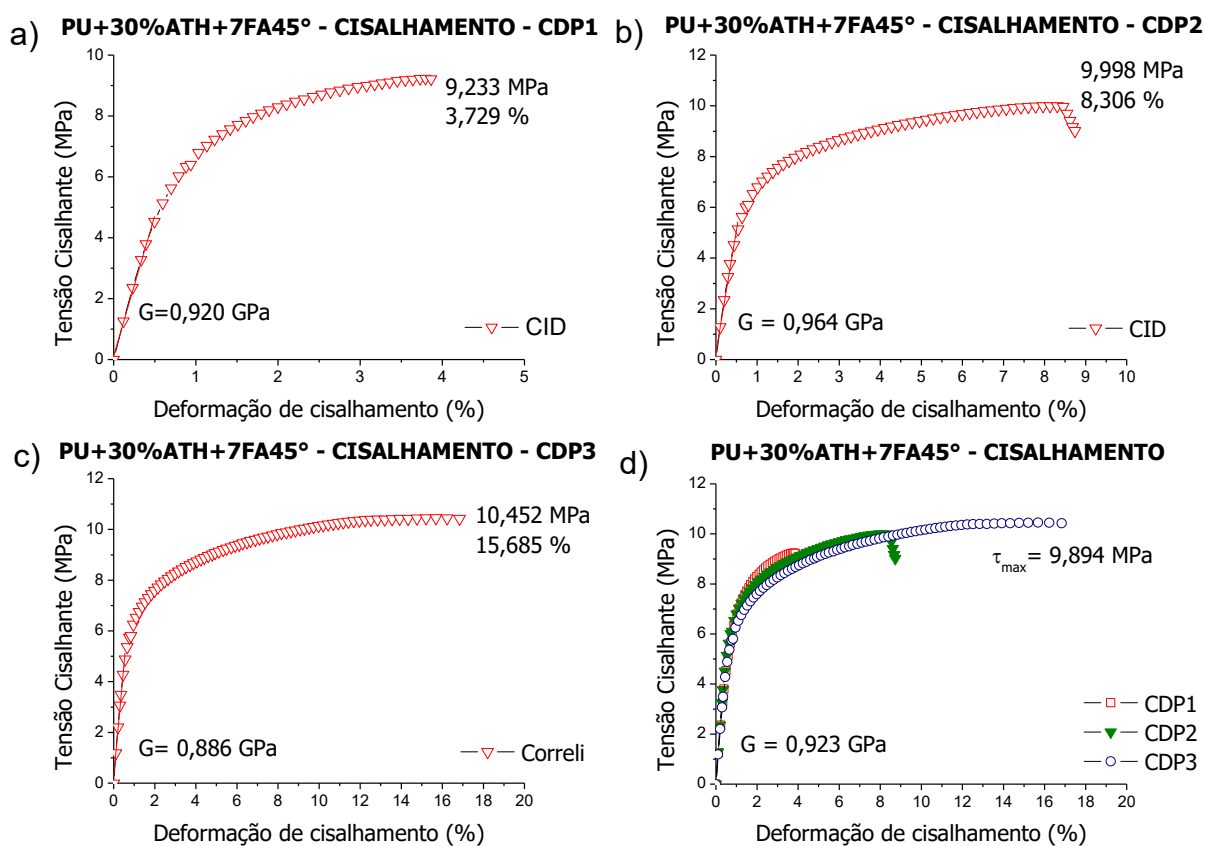


Figura 56 – Curvas de Tensão Cisalhante-Deformação de cisalhamento do compósito de PU+7FA a $\pm 45^\circ$ dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's. Fonte: Autoria própria.

Os compósitos com fibras orientadas a 90° , semelhante ao compósito de PU+7FA- 90° , apresentaram um decréscimo na tensão máxima e no módulo de elasticidade, quando comparados com os que possuem as fibras na mesma direção da força aplicada, como pode ser visto na Figura 57. Os três CDP's exibiram propriedades mecânicas praticamente iguais, sendo o valor da tensão máxima de aproximadamente 10,301 MPa e o módulo de Young de 2,223 GPa. O coeficiente de Poisson médio obtido foi de 0,037, menor do que todos os outros materiais apresentados neste trabalho.

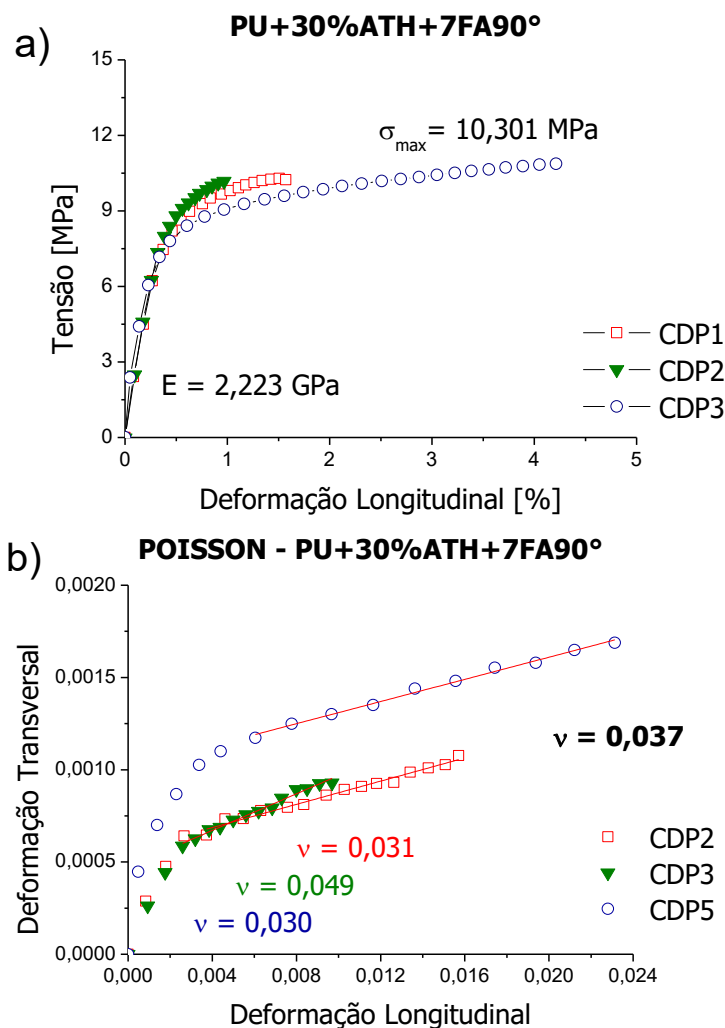


Figura 57 – Curvas de Tensão-Deformação Longitudinal do compósito de PU aditivada com 30% ATH com 7 lâminas de FA orientadas a 90° dos corpos de prova. e b) Relação Deformação Transversal-Deformação Longitudinal do compósito de PU com 30% de ATH reforçado 7 lâminas de FA orientadas a 90° dos corpos de prova.

Fonte: Autoria própria.

Na Tabela 24 pode ser visualizada todas as propriedades mecânicas a tração dos materiais analisados, PU pura, PU com adição de ATH e os compósitos sem e com adição de ATH. Com o aumento da quantidade de ATH adicionada a Poliuretana, há uma redução na tensão máxima suportada a tração e no Poisson e um aumento no módulo de elasticidade, a poliuretana aditivada se torna cada vez mais rígida e menos resistente, apresentando uma fratura frágil.

Para os compósitos, quando há um aumento na angulação das fibras em relação ao esforço aplicado, no intervalo de 0° a 90°, há uma redução na resistência e na rigidez do laminado (Tabela 24).

Tabela 22 – Propriedades de Tração dos materiais ensaiados e estudados.

| Materiais | Tração | | | | |
|----------------|-------------|-----------------------------|-------------------|-------------|---------------------------|
| | E [GPa] | $\sigma_{\text{máx}}$ [MPa] | Poisson (ν) | G [GPa] | $\tau_{\text{máx}}$ [MPa] |
| PU PURA | 1,703±0,260 | 39,715±3,358 | 0,404±0,009 | | |
| PU+10%ATH | 2,162±0,109 | 38,047±1,078 | 0,353±0,015 | | |
| PU+20%ATH | 2,367±0,296 | 32,650±0,930 | 0,335±0,050 | | |
| PU+30%ATH | 2,607±0,280 | 31,630±0,428 | 0,317±0,038 | | |
| PU+7FA-0° | 3,702±0,407 | 78,338±5,624 | 0,417±0,002 | | |
| PU+7FA-45° | 2,127±0,077 | 32,692±0,742 | 1,111±0,032 | 0,878±0,010 | 16,348±0,368 |
| PU+7FA-90° | 1,079±0,363 | 11,560±1,213 | 0,081±0,006 | | |
| PU+ATH+7FA-0° | 4,733±0,527 | 60,280±2,073 | 0,195±0,020 | | |
| PU+ATH+7FA-45° | 2,425±0,106 | 19,792±1,226 | 0,502±0,012 | 0,923±0,039 | 9,894±0,616 |
| PU+ATH+7FA-90° | 2,223±0,163 | 10,441±0,373 | 0,037±0,011 | | |

Fonte: Autoria própria.

7.3 Ensaio de Flexão

Todos os ensaios de flexão foram realizados de acordo com a norma ASTM D790-03, com um espaçamento entre os suportes de 49 mm. Na sequência serão apresentados e discutidos os resultados obtidos para cada material ensaiado, no caso, PU pura, PU aditivada com 10%, 20% e 30% de ATH da massa total e os compósito de PU+7FA e PU+30%ATH+FA.

7.3.1 Poliuretana Pura (PU pura)

Foram ensaiados três corpos de prova (CDP's) de PU pura, mantendo as mesmas condições no momento da fabricação. Os mesmos foram fabricados em proporção de 1:1 (componentes AG201+ AG201), mantidos no vaso de pressão durante 24 horas a 4 MPa durante o processo de cura. Os corpos de prova de PU pura que foram ensaiados, segunda a Norma ASTM D790-03, com a utilização dos

dados da máquina (Travessão) e do processo de CID, para maior exatidão dos resultados, a uma velocidade de 1 mm/min.

O processo de CID utilizado pode ser visto na Figura 58, para os ensaios de PU pura e da PU aditivada com ATH não houve problemas para obtenção dos dados, pois o padrão da pintura da área selecionada para realizar a análise ficou homogêneo. Possibilitando a aquisição do deslocamento na direção y do ponto central aplicado em praticamente todas as fotos capturadas durante o ensaio.

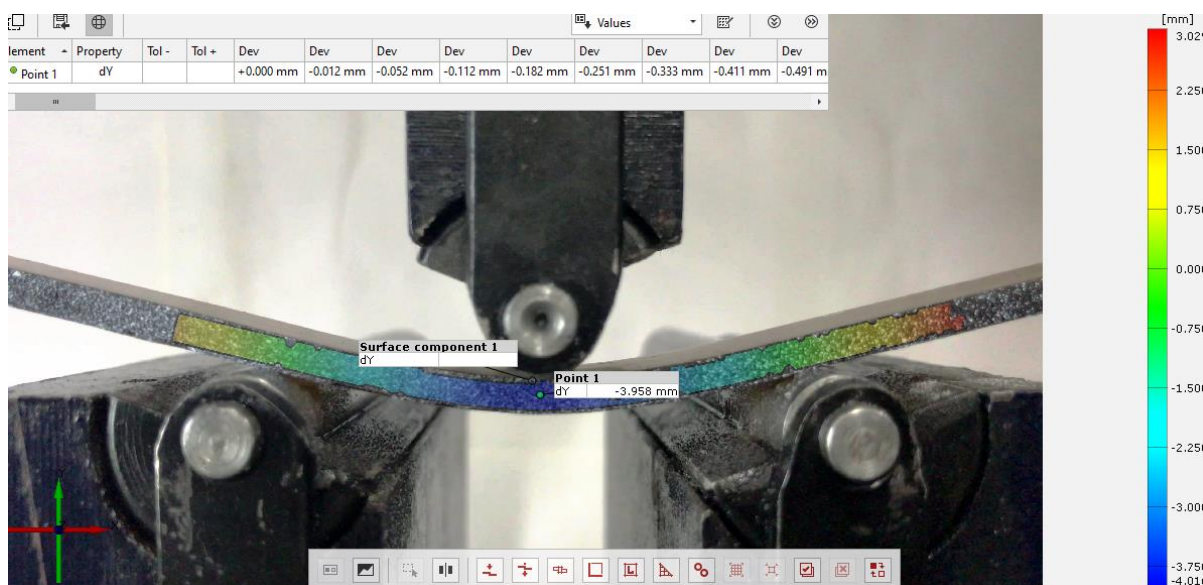


Figura 58 – Processo de CID.
Fonte: Autoria própria.

Na Figura 59 pode ser visto as curvas de tensão de flexão-deformação dos corpos de prova de PU pura. A tensão máxima flexural média obtida foi de 57,903 MPa e o módulo de elasticidade de flexão de 1,530 GPa. Nenhum dos corpos de prova sofreu ruptura durante os ensaios, demonstrando uma grande capacidade de deflexão para polímero.

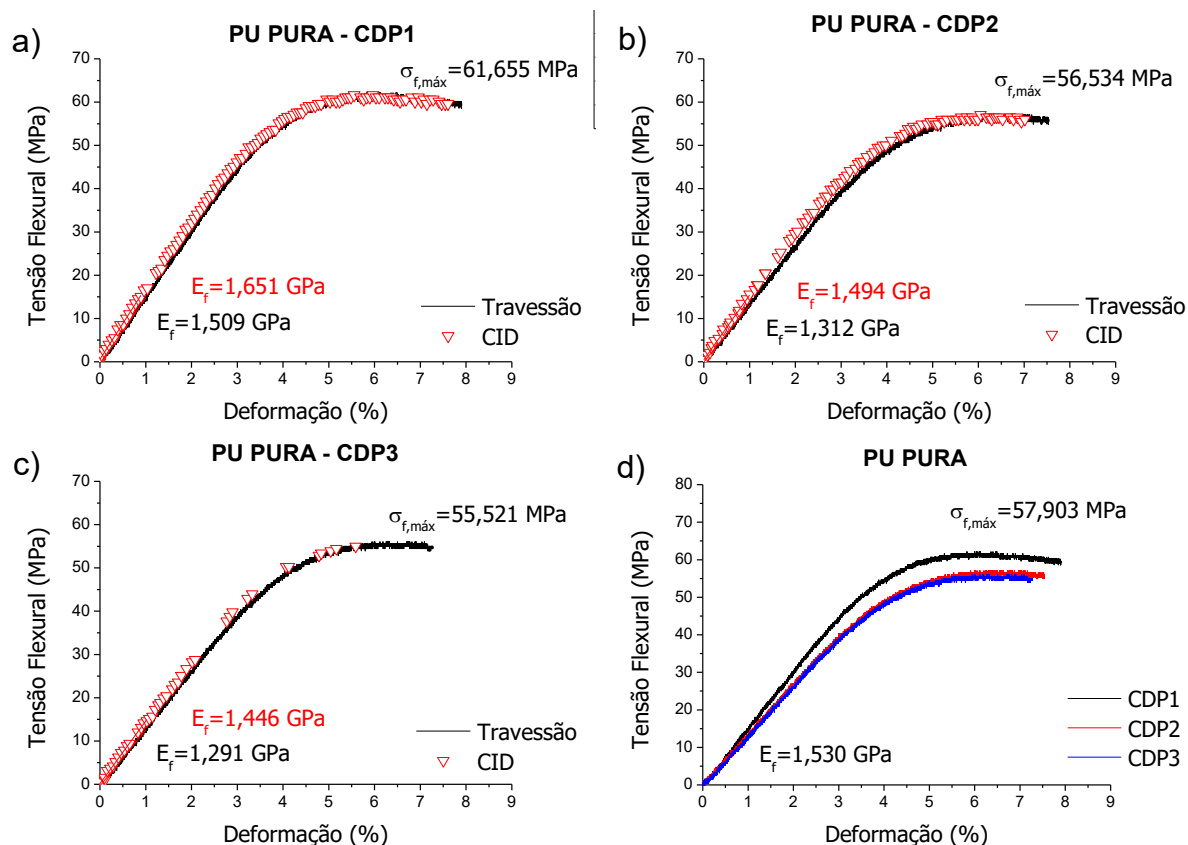


Figura 59 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação da PU pura dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's.
 Fonte: Autoria própria.

7.3.2 Poliuretana aditivada com Alumina Tri-hidratada

Foram ensaiados três corpos de prova (CDP's) de PU aditivada com 10%, 20% e 30% de ATH. Os corpos de prova de PU aditivada com ATH foram ensaiados com a utilização do processo de CID a uma velocidade de 1 mm/min.

7.3.2.1 Poliuretana aditivada com 10% de ATH (PU+10%ATH)

As curvas de tensão de flexão-deformação da PU aditivada com 10% de ATH podem ser vistas na Figura 60, a tensão máxima de flexão e módulo de flexão médios apresentados foram 52,426 MPa e 1,655 GPa, respectivamente. Houve uma

pequena redução na tensão suportada e um discreto aumento do módulo em relação aos valores obtidos para a PU pura (Figura 60(d)). Todos os corpos de provas foram ensaiados até sua ruptura, o que não foi possível para os CDP's de PU pura.

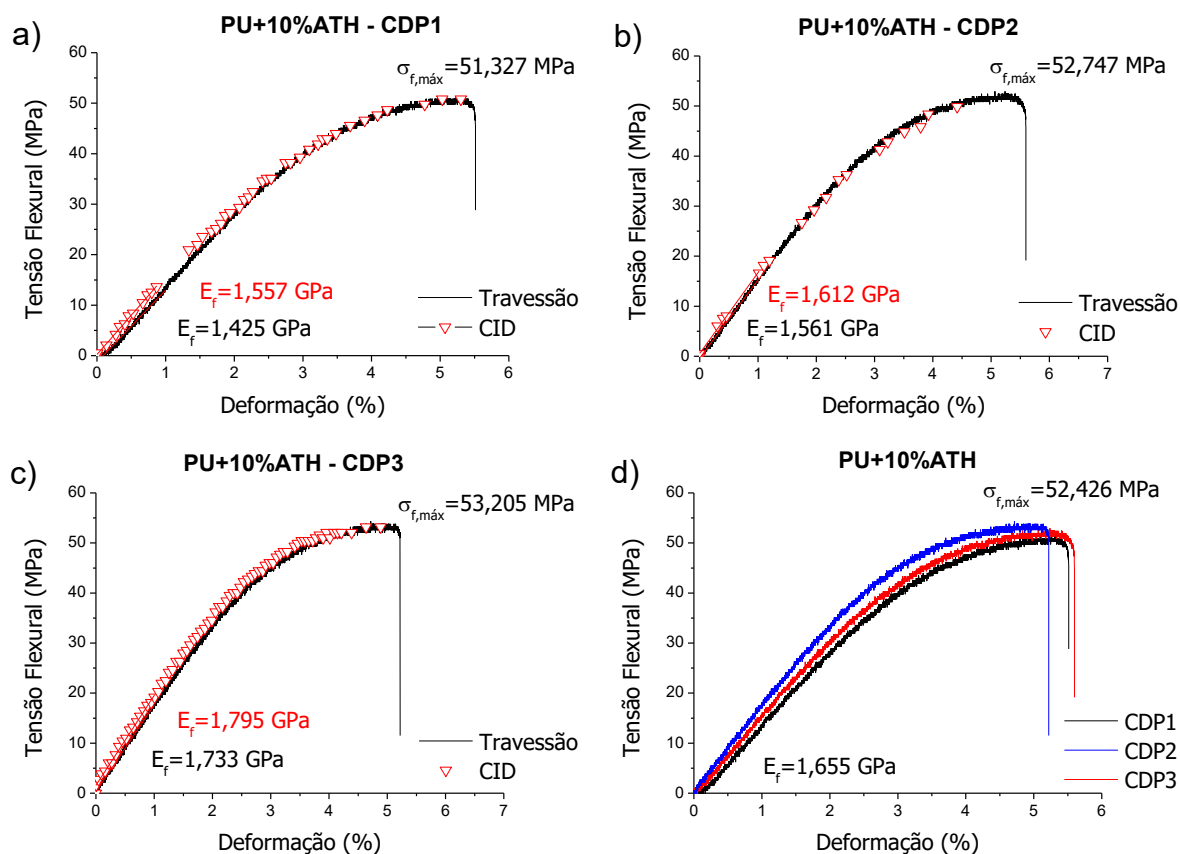


Figura 60 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação da PU+10%ATH dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's.
Fonte: Autoria própria.

7.3.2.1 Poliuretana aditivada com 20% de ATH (PU+20%ATH)

Na Figura 61 estão apresentadas as curvas de tensão de flexão-deformação dos corpos de prova de PU aditivada com 20% de ATH. A tensão máxima flexural média obtida foi de 57,880 MPa e o módulo de elasticidade de flexão de 2,054 GPa. Com adição de alumina tri-hidratada pode ser observado um aumento no módulo, obtendo um material com maior rigidez, isso pode ser visto nos resultados para a PU aditiva com 10% e 20% de ATH. Também, há uma redução da carga máxima suportada quando é utilizada a ATH. Porém, para a PU+20%ATH a tensão máxima

de flexão média foi maior do que para a PU+10%ATH isso pode ser explicado devido ao efeito de envelhecimento que ocorre nas poliuretanas, quanto maior o tempo decorrido da fabricação do material maior é a rigidez e resistência da resina. Os corpos de prova de PU+20%ATH foram fabricados antes dos de PU+10%ATH.

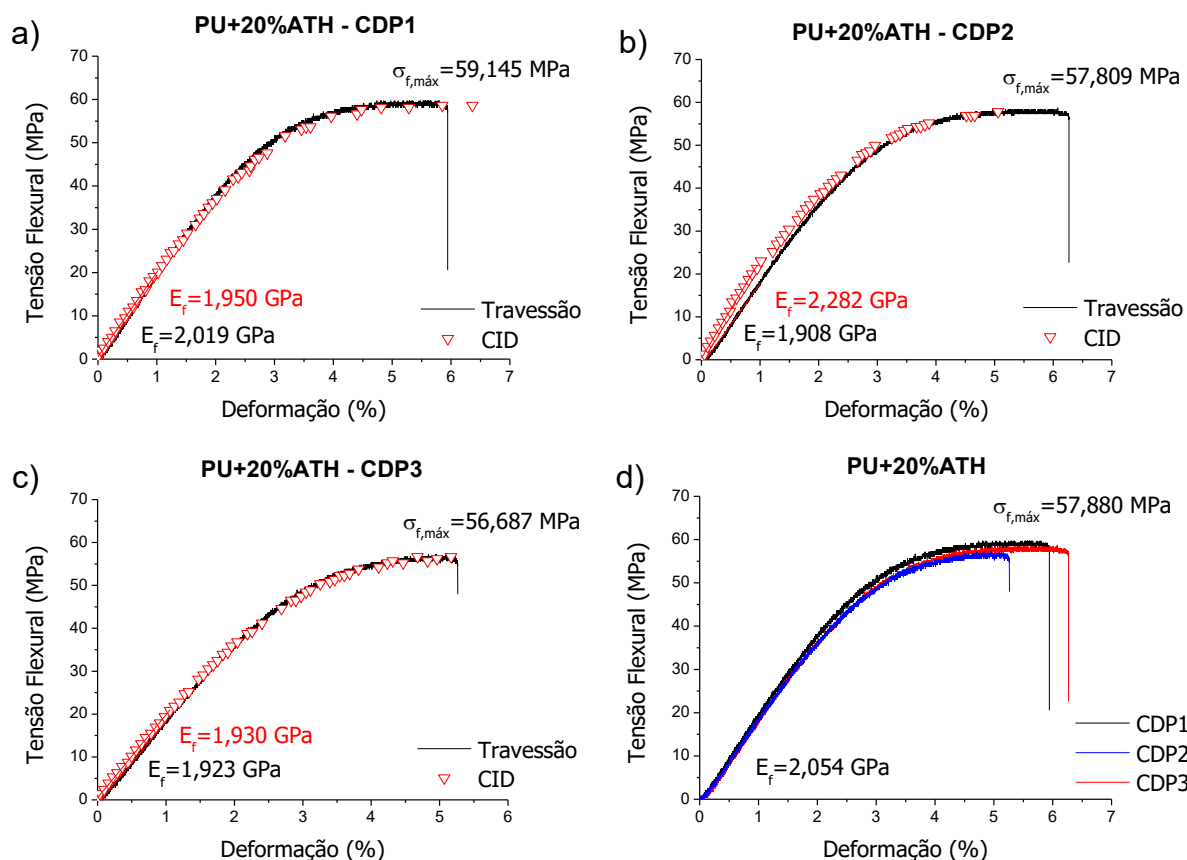


Figura 61 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação da PU+20%ATH dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's.
Fonte: Autoria própria.

7.3.2.1 Poliuretana aditivada com 30% de ATH (PU+30%ATH)

Para a PU aditivada com 30% de ATH a tensão máxima flexural média obtida foi de 48,734 MPa e o módulo de elasticidade de flexão de 2,259 GPa (Figura 62). Semelhante as PU aditivada com 10% e 20% de ATH, com adição de alumina tri-hidratada houve um aumento no módulo de flexão, obtendo um material com maior rigidez, e uma redução da tensão máxima de flexão, um material menos resistente.

Em relação a PU pura, quanto maior a proporção de ATH adicionada maior é o aumento do módulo de flexão e menor a tensão máxima de flexão.

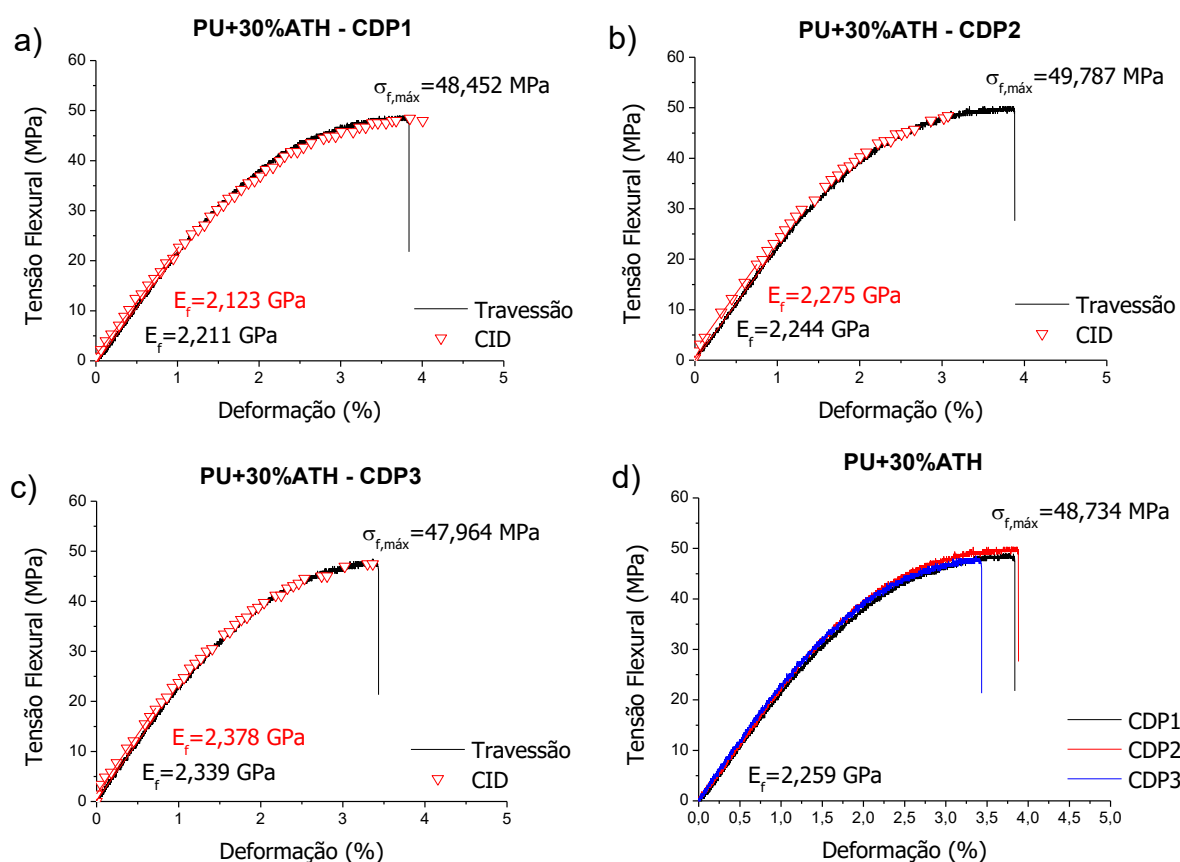


Figura 62 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação da PU+30%ATH dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's.

Fonte: Autoria própria.

Semelhante aos resultados obtidos no ensaio de tração, os ensaio de flexão também apresentaram uma redução na carga máxima suportada e um aumento do módulo quando é aplicada a ATH no material. Mas, para as propriedades de flexão essas modificações são mais discretas do que nas propriedades de tração das poliuretanas.

7.3.3 Compósito de Poliuretana reforçada com fibras de algodão (PU+FA)

Ensaio quase estáticos de flexão foram realizados em 3 CDP's de PU com 7 camadas de tecido de FA orientadas a 0° , utilizando o processo de CID e os dados do Travessão. Porém durante a aquisição de dados da CID, a área da superfície que

deveria ser selecionada para realizar a análise não era reconhecida, pois o padrão de pintura não ficou homogêneo, devido à superfície irregular que apresentam as amostras de PU+7FA e PU+30%ATH+FA. As fibras de algodão acabam prejudicando o acabamento superficial lateral, na Figura 63 pode ser visto o processo de CID utilizado, não sendo reconhecida a área e o ponto para a obtenção do deslocamento do ponto na direção y na maioria das fotos capturadas durante o ensaio de flexão.

Porém, analisando os dados obtidos nos ensaios da PU pura e da PU aditivada com ATH, houve uma diferença mínima nos dados obtidos pelo processo de CID e do travessão da máquina, não comprometendo os resultados das propriedades mecânicas de flexão obtidas dos compósitos de PU+7FA e PU+30%ATH+7FA.

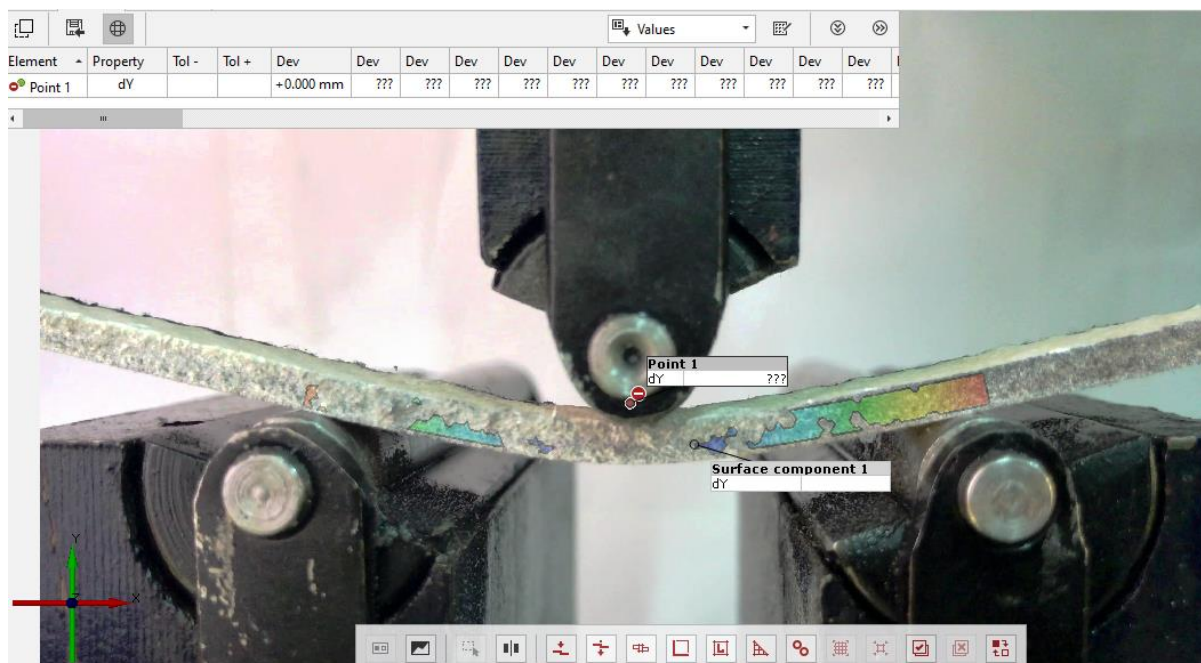


Figura 63 – Processo de CID sem reconhecimento da área e do ponto.
Fonte: Autoria própria.

Na Figura 64 estão representadas as curvas de tensão-deformação exibidas pelo compósito, apresentando resultados semelhantes para todos os CDP's ensaiados. A tensão máxima média de flexão alcançada foi de 48,379 MPa e o módulo de elasticidade a flexão de 2,069 GPa. A tensão máxima de flexão ficou menor que a apresentada pela PU pura (18,793 MPa), como pode ser visto na Figura 64 (d). As fibras influenciaram negativamente na carga máxima suportada e

positivamente no módulo de flexão do material, aumentando a rigidez do material. Nenhum dos corpos de prova apresentou ruptura durante o ensaio de flexão.

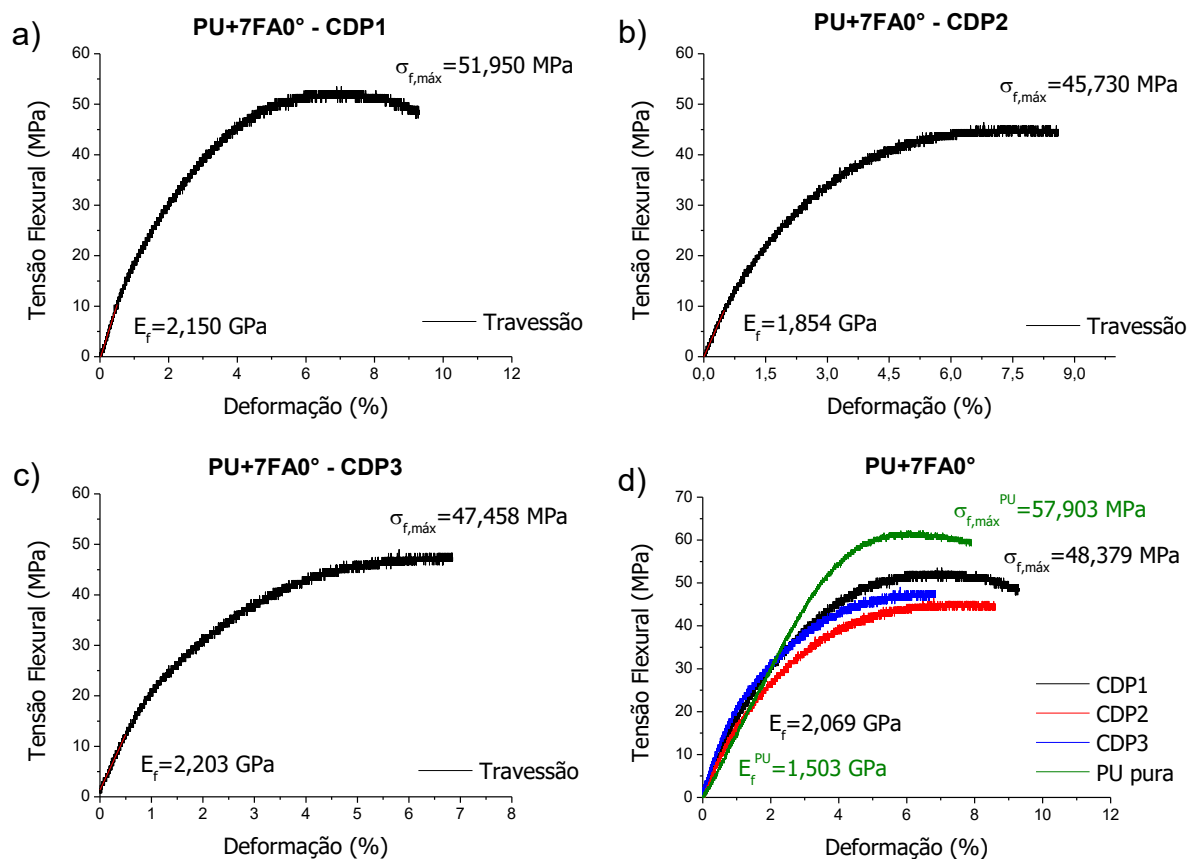


Figura 64 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação do compósito de PU+7FA-0° dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's e PU pura.

Fonte: Autoria própria.

Semelhante às propriedades mecânicas de tração, quando as fibras não estão orientadas a 0° há uma redução na tensão máxima e no módulo de elasticidade dos compósitos. Foram realizados ensaios de flexão em 3 CDP's de PU+7FA orientadas a 45°, na Figura 65 (a) estão representadas as curvas de tensão de flexão-deformação exibidas pelo compósito. A tensão máxima média de flexão alcançada foi de 34,566 MPa e o módulo de elasticidade a flexão de 1,259 GPa. Para os compósitos de PU+7FA com fibras orientadas a 90°, como pode ser visto na Figura 65 (b), a tensão máxima de flexão média é de 17,150 MPa, valor muito menor que o apresentado pelo compósito com fibras orientadas a 0° e pela PU pura, o módulo de elasticidade de flexão médio também reduziu consideravelmente. Em compósitos com fibras orientadas a 90°, os reforços prejudicam as propriedades mecânicas exibidas pela matriz isoladamente.

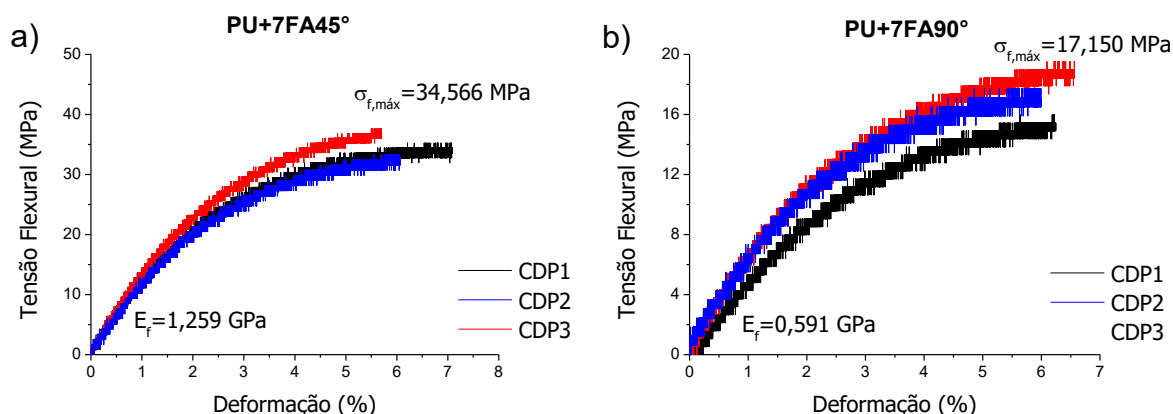


Figura 65 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação do compósito de a) PU+7FA-45° e b) PU+7FA-90°.

Fonte: Autoria própria.

Sabinesh, Renald e Sathish (2014), estudaram as propriedades mecânicas a tração e a flexão do compósito de poliéster isoftálico reforçado com fibras de algodão picadas, o processo de fabricação utilizado é o *hand lay-up*, processo manual. Foram fabricados compósitos com 10%, 15%, 20%, 25% e 30% de frações volumétricas de fibras de algodão. O compósito que apresentou maior tensão máxima a tração e a flexão foi o com 25% de fração volumétrica de fibras, exibindo 39,00 MPa e 90,23 MPa, respectivamente. A resina de poliéster isoftálico apresenta tensão máxima a tração de 18 MPa e a flexão de 30 MPa. Logo, com a utilização das fibras de algodão a carga máxima suportada a tração foi praticamente dobrada, semelhante ao compósito de PU+7FA-0°, em estudo no presente trabalho, que passou de aproximadamente 40 MPa (PU pura) para 80 MPa com aplicação do reforço. Porém, em relação às propriedades de flexão, o compósito de poliéster com fibra de algodão, comparando com a resina utilizada como matriz, a tensão máxima foi triplicada quando há presença das fibras de algodão, em uma fração volumétrica de 25%. E no compósito de PU+7FA-0° a tensão máxima a flexão (48,379 MPa), apresentou um valor reduzido comparado com a poliuretana pura (57,903 MPa), uma possível explicação se deve a maior quantidade de fração volumétrica de fibras de algodão presente no compósito de PU+7FA, de 56% em média. Quando foi aumentada a fração volumétrica de reforço, de 25% para 30%, no trabalho de Sabinesh, Renald e Sathish (2014), houve uma queda na máxima tensão a tração (19,24 MPa) e a flexão (53,86 MPa) do compósito, diminuindo a interação das fibras com a matriz devido o maior volume de fibras que foi aplicado. Então, como explicado anteriormente, nem sempre um compósito com uma maior fração volumétrica de fibras vai apresentar propriedades mecânicas com valores maiores

de resistência mecânica. Portanto, para o compósito laminado de PU+7FA com uma fração volumétrica de 56% em média, este volume de fibras pode ter sido prejudicial em relação às propriedades mecânicas a flexão, não aumentando a resistência à flexão do material.

7.3.4 Compósito de Poliuretana aditivada com ATH e reforçada com fibras de algodão (PU+ATH+FA)

O compósito laminado de PU+30%ATH+FA foi fabricado com matriz de PU+30%ATH e com 7 lâminas de tecido de algodão. Dos laminados de $[0^\circ]_7$ foram retirados os corpos de prova de flexão segundo a Norma ASTM D790-03, com as fibras orientadas a 0° e a 90° , com auxílio de um disco de corte, e dos com empilhamento alternado de 0° e 90° foram retirados os CDP's com orientação de $\pm 45^\circ$.

Ensaio mecânicos de flexão foram realizados em 3 CDP's de PU aditivada com 30% com 7 camadas de tecido de FA orientadas a 0° , na Figura 66 estão representadas as curvas de tensão de flexão-deformação exibidas pelo compósito. A tensão máxima média alcançada foi de 64,450 MPa e o módulo de elasticidade a flexão de 3,473 GPa (Figura 66(d)), sendo que a carga máxima suportada aumentou em relação o valor alcançado pelo compósito de PU+7FA e a PU pura. Nos resultados da PU aditivada com 30% ATH houve um aumento do módulo de elasticidade a flexão (2,259 GPa) e uma queda na resistência a flexão (48,734 MPa) quando comparada com a PU pura (1,530 GPa e 57,903 MPa). Comparado com o compósito de PU+7FA, o comportamento das fibras no compósito de PU+30%ATH+7FA foi um pouco diferente, porque no compósito de PU+7FA- 0° houve um aumento do módulo e foi reduzida a resistência à flexão exibida comparado com a poliuretana pura. No compósito de PU+30%ATH+7FA, houve um aumento no módulo e na tensão máxima a flexão comparado com sua matriz, a PU aditivada com 30% de ATH.

Nos ensaios de tração os dois compósitos exibiram comportamentos semelhantes em relação às propriedades das matrizes utilizadas, obtendo praticamente o dobro do módulo de elasticidade e da tensão máxima para o

compósito laminado, quando comparado com as propriedades da matriz isoladamente. Porém, nas propriedades a flexão houve um melhor comportamento das fibras no material quando foi utilizada a PU aditivada com ATH, exibindo uma maior rigidez e resistência a flexão comparada com sua matriz de PU+30%ATH, não mantendo uma tensão máxima a flexão praticamente igual à apresentada pelo polímero, de 48,734 MPa.

A fração volumétrica média de fibras de algodão apresentada pelo compósito de PU+30%ATH+7FA é de 42%, valor menor que o apresentado pelo compósito de PU+7FA (56%). No trabalho de Sabinesh, Renald e Sathish (2014), há um valor de fração volumétrica que apresenta propriedades mecânicas de tração e flexão máximas (25%), não sendo o valor máximo de fração volumétrica de fibras testada (30%), quando ocorre uma queda na tensão máxima suportada. Logo, há um valor ótimo para a quantidade de fibras utilizadas no compósito, e reduzindo de 56% para 42% a fração volumétrica de fibras, houve um aumento da resistência à flexão do compósito. Mas esse aumento também pode ser explicado pela adição de alumina tri-hidratada, como mencionado anteriormente.

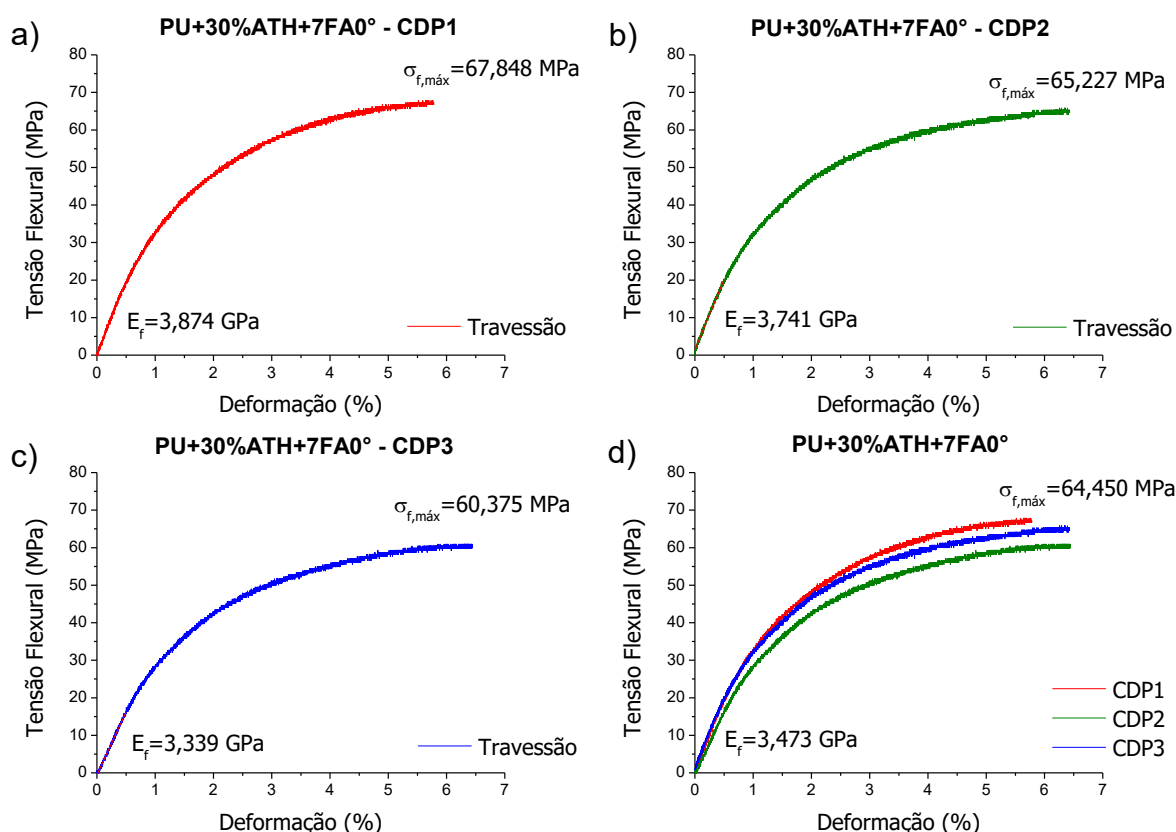


Figura 66 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação do compósito de PU+30%ATH+7FA-0° dos corpos de prova (CDP) a) CDP 1, b) CDP 2, c) CDP 3 e d) todos os CDP's.

Fonte: Autoria própria.

Ensaio de flexão foram realizados em 3 CDP's de PU+30%ATH+7FA orientadas a $\pm 45^\circ$, como pode ser visto na Figura 67 (a), a tensão máxima média de flexão alcançada foi de 44,725 MPa e o módulo de elasticidade a flexão de 2,538 GPa. Para os compósitos de PU+30%ATH+7FA com fibras orientadas a 90° , como pode ser visto na Figura 67 (b), a tensão máxima de flexão média é de 20,930 MPa, valor consideravelmente menor que o apresentado pelo compósito com fibras orientadas a 0° e pela matriz do compósito, o módulo de elasticidade de flexão médio também reduziu consideravelmente (1,349 GPa), exibindo o valor próximo ao da PU pura (1,530 GPa). Portanto, quanto maior a angulação das fibras, no intervalo de 0° a 90° , menor é a rigidez e a resistência exibida pelo compósito.

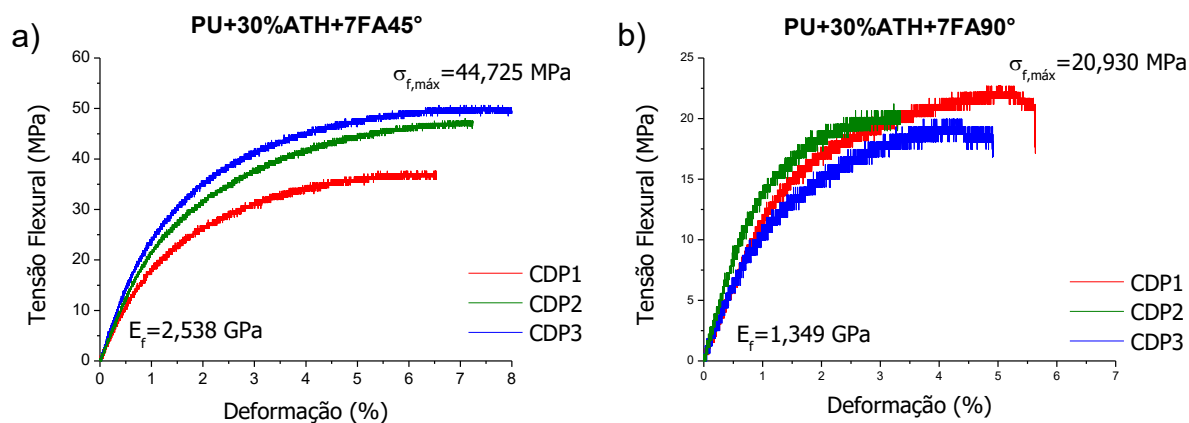


Figura 67 – Curvas de Tensão de Flexão-Deformação do compósito de a) PU+30%ATH+7FA-45° e b) PU+30%ATH+7FA-90°.
Fonte: Autoria própria.

No trabalho de Vera (2012) foi estudado o comportamento mecânico e de inflamabilidade de estruturas aeronáuticas de interiores fabricadas a partir de compósitos reforçados por fibras naturais, especificamente compósitos de resina fenólica com fibras de algodão e de sisal, e também os mesmos aditivados com 30% de ATH. O processo de fabricação utilizada para os compósitos naturais foi o de moldagem sob compressão em molde metálico fechado sob temperatura e pressão controladas, foram utilizadas fibras curtas, as fibras de sisal e de algodão com comprimento de 30 e 50 mm, respectivamente. Com relação à determinação das propriedades mecânicas dos compósitos naturais aditivados, constatou-se um aumento no módulo de elasticidade e uma redução na tensão de ruptura de flexão. No caso do compósito de resina fenólica e fibra de algodão aditivado, tem-se tensão máxima de flexão igual a $38,34 \pm 4,88$ MPa e módulo de flexão igual a $3,90 \pm 0,32$ GPa e para o compósito de resina fenólica e fibra de algodão, tem-se tensão máxima de flexão igual a $69,10 \pm 11,25$ MPa e módulo de flexão igual a $2,52 \pm 0,44$

GPa. Para o compósito em estudo de PU reforçada com fibras de algodão, quando aditivado com 30% de ATH, houve um aumento na tensão máxima de flexão e no módulo de flexão, como pode ser visto na Tabela 25. Para cada tipo de material compósito, compósitos laminados, compósitos reforçados com fibras picadas, há um tipo de comportamento mecânico, por isso a importância da caracterização quando é desenvolvido um novo tipo de material.

Na Tabela 24 pode ser visualizada todas as propriedades mecânicas a flexão dos materiais analisados, PU pura, PU com adição de ATH e os compósitos sem e com adição de ATH. Com o aumento da quantidade de ATH adicionada a Poliuretana, há uma redução na tensão máxima suportada a flexão e um aumento no módulo de elasticidade a flexão.

Para os compósitos, quando há um aumento na angulação das fibras em relação ao esforço aplicado, no intervalo de 0° a 90°, há uma redução na resistência e na rigidez a flexão do laminado (Tabela 24).

Tabela 23 – Propriedades de Flexão dos materiais ensaiados e estudados.

| Materiais | Flexão | |
|----------------|-------------|--------------------------------|
| | E_f [GPa] | $\sigma_{f,m\acute{a}x}$ [MPa] |
| PU PURA | 1,530±0,107 | 57,903±3,288 |
| PU+10%ATH | 1,655±0,125 | 52,426±0,979 |
| PU+20%ATH | 2,054±0,198 | 57,880±1,230 |
| PU+30%ATH | 2,259±0,128 | 48,734±0,944 |
| PU+7FA-0° | 2,069±0,188 | 48,379±3,211 |
| PU+7FA-45° | 1,259±0,134 | 34,566±1,966 |
| PU+7FA-90° | 0,591±0,118 | 17,150±1,728 |
| PU+ATH+7FA-0° | 3,473±0,232 | 64,450±3,846 |
| PU+ATH+7FA-45° | 2,538±0,366 | 44,725±6,711 |
| PU+ATH+7FA-90° | 1,349±0,267 | 20,929±1,139 |

Fonte: Autoria própria.

7.4 Frações volumétricas de fibra e matriz do compósito de PU+FA e PU+ATH+FA.

Para o cálculo das frações volumétricas de fibra e matriz um dos métodos utilizados foi o Método de Ensaio II, descrito na norma ASTM D3171-15, onde o número mínimo de amostras de teste recomendado é um, a amostra deve possuir uma área de superfície mínima de 625 mm².

Seguindo o equacionamento descrito na sessão de materiais de métodos os resultados das frações volumétricas e mássicas de fibra e matriz e densidade do compósito para duas amostras de PU+7FA[0°]₇ podem ser vista na Tabela 22.

Tabela 24 – Frações volumétricas e mássicas do compósito de PU+7FA.

| | Unidade | Amostra 1 | Amostra 2 |
|--------------------------------------|-------------------------|------------------|------------------|
| Largura | mm | 25,70 | 25,25 |
| Comprimento | mm | 172,00 | 171,00 |
| Espessura | mm | 2,60 | 2,60 |
| Área | mm ² | 4420,40 | 4317,75 |
| Massa | g | 11,25 | 11,32 |
| Massa de 1 camada de fibra | g | 0,84 | 0,83 |
| Densidade da matriz | g/cm ³ | 1,09 | 1,09 |
| Número de Camadas | | 7 | 7 |
| Densidade do compósito | g/cm³ | 0,98 | 1,01 |
| Ar | g/cm ² | 190,03 | 192,23 |
| Fração Mássica de Reforço | % | 52,27 | 51,33 |
| Fração Mássica da Matriz | % | 47,73 | 48,67 |
| Fração Volumétrica de Reforço | % | 57,06 | 54,89 |
| Fração Volumétrica de Matriz | % | 42,94 | 45,11 |

Fonte: Autoria própria.

Para o compósito de PU+7FA a fração volumétrica de reforço é de em média 56% e a fração volumétrica da matriz é de 44%, apresentando uma densidade de aproximadamente 1 g/cm³.

Na Tabela 23 pode ser visto os resultados das frações volumétricas e mássicas de fibra e matriz e densidade do compósito de PU+30%ATH+7FA[0°]₇, onde foi utilizada a quantidade de duas amostras para realização do processo. O valor da fração volumétrica de fibras diminuiu comparado com o compósito com matriz de PU pura, o motivo dessa queda pode estar ligado com o fato de ter sido necessário uma maior quantidade de resina no processo de fabricação das placas

laminadas. Para impregnação do compósito de PU+7FA foram utilizadas 300 gramas de poliuretana pura e para os compósitos de PU+30%ATH+7FA a quantidade de 400 gramas de PU aditivada com 30% de ATH (120 gramas de ATH). A média para as frações volumétricas de reforço e matriz calculadas para o laminado de PU aditivada com ATH reforçado com tecido de FA foi de, 42% e 58%, respectivamente.

Tabela 25 – Frações volumétricas e mássicas do compósito de PU+30%ATH+7FA.

| | Unidade | Amostra 1 | Amostra 2 |
|--------------------------------------|-------------------|------------------|------------------|
| Largura | Mm | 45,60 | 43,50 |
| Comprimento | Mm | 125,40 | 127,50 |
| Espessura | Mm | 3,00 | 3,00 |
| Área | mm ² | 5718,24 | 5546,25 |
| Massa | G | 19,77 | 18,97 |
| Massa de 1 camada de fibra | G | 0,87 | 0,86 |
| Densidade da matriz | g/cm ³ | 1,35 | 1,35 |
| Número de Camadas | | 7 | 7 |
| Densidade do compósito | g/cm ³ | 1,15 | 1,14 |
| Ar | g/cm ² | 152,14 | 155,06 |
| Fração Mássica de Reforço | % | 30,80 | 31,73 |
| Fração Mássica da Matriz | % | 69,20 | 68,27 |
| Fração Volumétrica de Reforço | % | 40,97 | 42,39 |
| Fração Volumétrica de Matriz | % | 59,027 | 57,61 |

Fonte: Autoria própria.

7.5 Análises de microscopia eletrônica de varredura - MEV

A Figura 68 mostra uma imagem de MEV da fratura do compósito polimérico de fibra de algodão, PU+7FA com fibras orientadas a 0°. Pode ser visto uma boa penetração de matriz entre fibras de algodão, indicando uma boa adesão entre a matriz e seus reforços. A presença de *pull out* das fibras pode ser observada na Figura 69. Também pode ser observado que não há presença de poros na matriz.

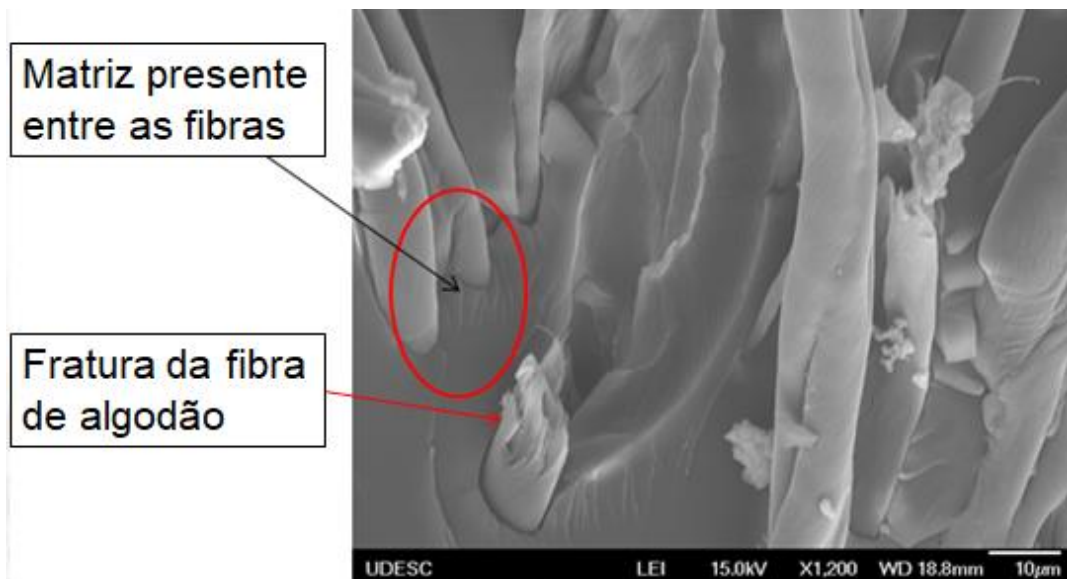


Figura 68 – MEV da fratura do compósito de PU+7FA0°, com aumento de 1200X.
Fonte: Autoria própria.

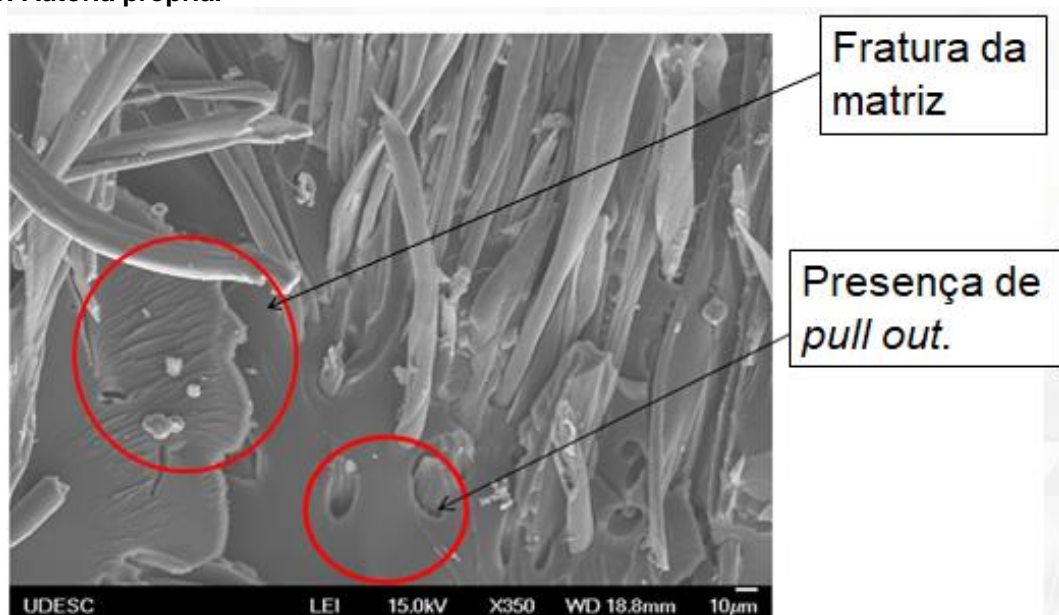
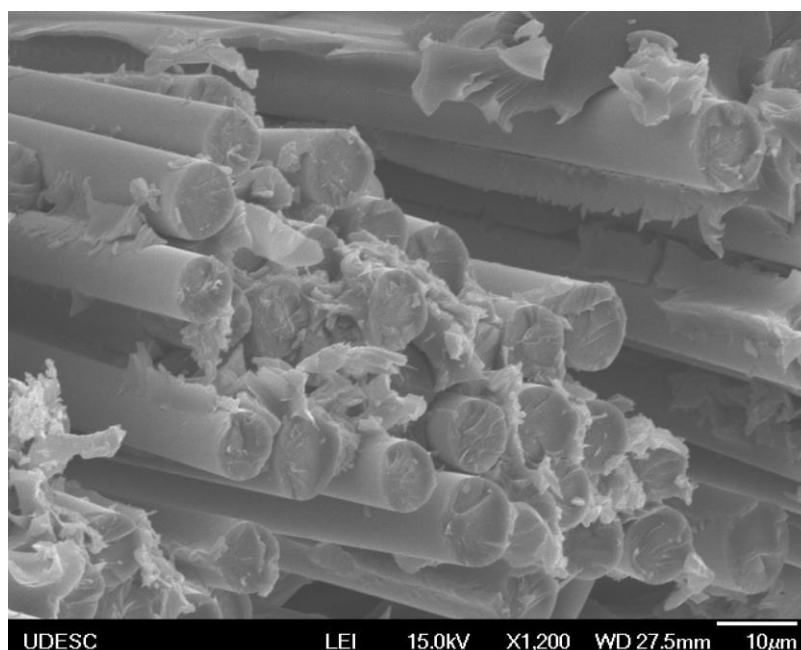


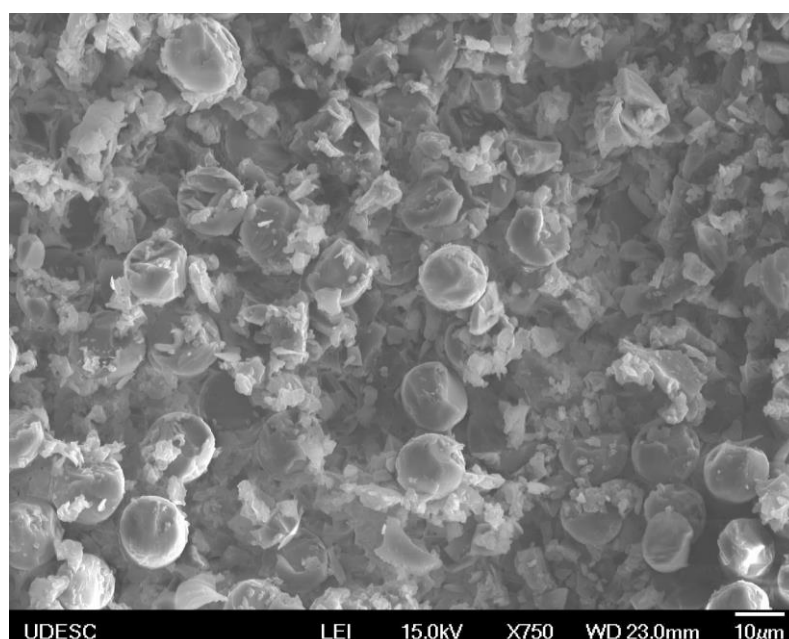
Figura 69 – MEV da fratura do compósito de PU+7FA0°, com aumento de 350X e com presença de *pull out*.
Fonte: Autoria própria.

Na Figura 70 pode ser visto a orientação das fibras, indicando um bom alinhamento das fibras e também boa impregnação da matriz nas fibras e uma fratura frágil das fibras.



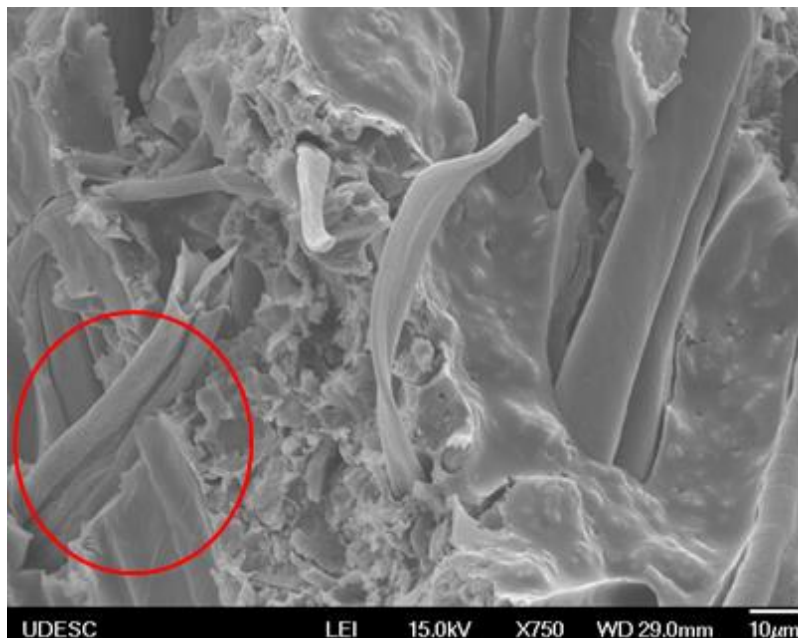
**Figura 70 – MEV da fratura do compósito de PU+7FA0°, com aumento de 1200X.
Fonte: Autoria própria.**

A Figura 71 mostra a fratura do compósito de PU+7FA0°, onde pode ser visto as fibras fraturadas e a matriz ao redor das fibras, apresentando uma boa interface, sem a presença de *pull out*.



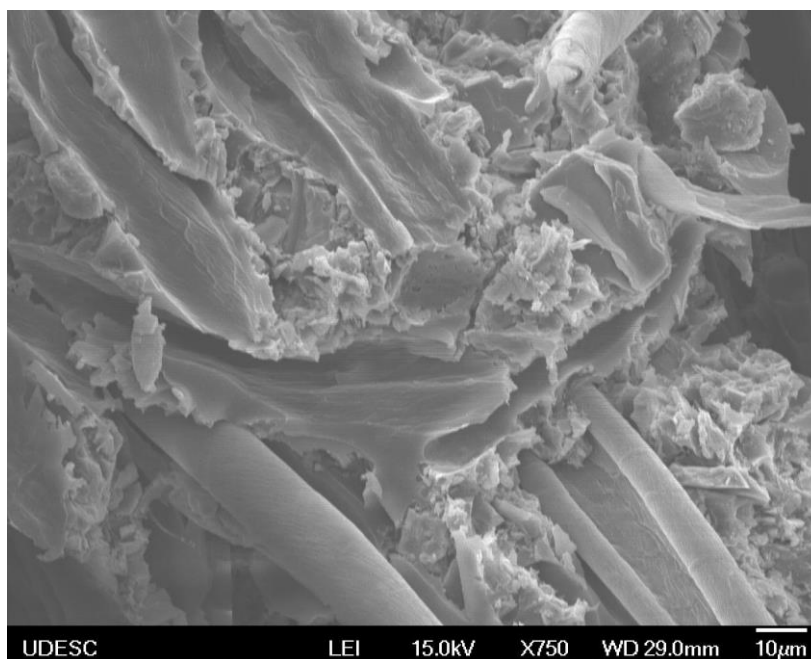
**Figura 71 – MEV da fratura do compósito de PU+7FA0°, com aumento de 750X.
Fonte: Autoria própria.**

Também foram realizadas MEV nas fraturas dos corpos de provas dos compósitos de PU+7FA com fibras orientadas a $\pm 45^\circ$ e 90° . Podem ser observadas na Figura 72 as fibras se cruzando formando os ângulos de $+45^\circ$ e -45° e a matriz fraturada ao redor das fibras de algodão.



**Figura 72 - MEV da fratura do compósito de PU+7FA $\pm 45^\circ$, com aumento de 750X.
Fonte: Autoria própria.**

No compósito de PU+7FA $\pm 45^\circ$ as fibras foram arrancadas da matriz deixando sua forma na interface da superfície que existia entre a fibra e a resina, como pode ser visto na Figura 73, ainda não há presença de porosidades na matriz.



**Figura 73 - MEV da fratura do compósito de PU+7FA $\pm 45^\circ$, com aumento de 750X.
Fonte: Autoria própria.**

A Figura 74 mostra a fratura do corpo de prova do compósito de PU+7FA90°, onde pode ser visto as fibras orientadas na superfície da fratura, logo a 90° com a força aplicada no momento do ensaio de tração, indicando uma correta orientação da fibras.

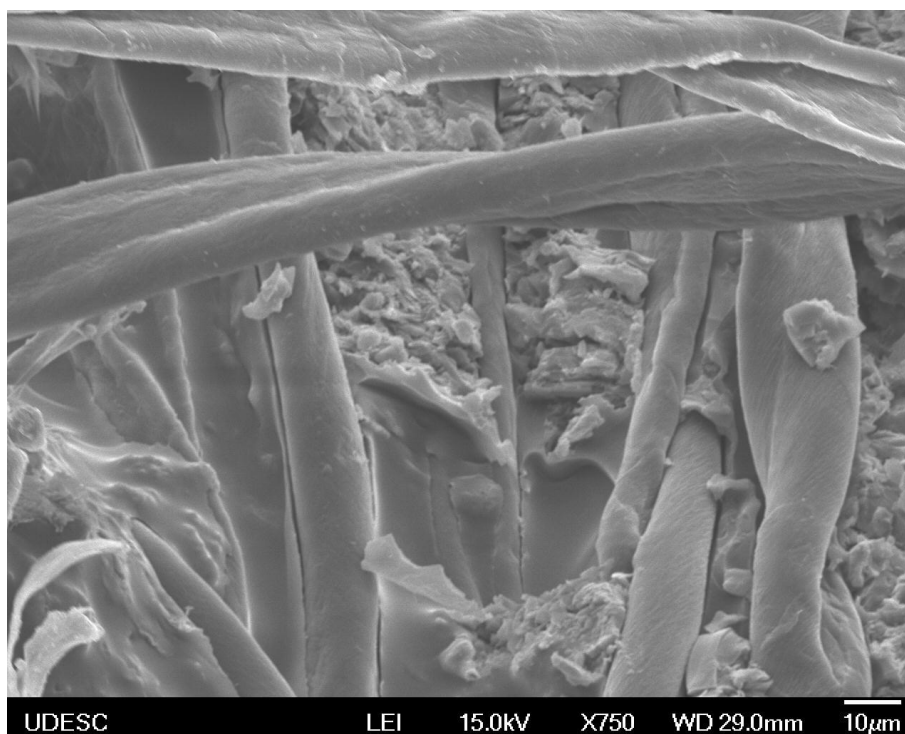
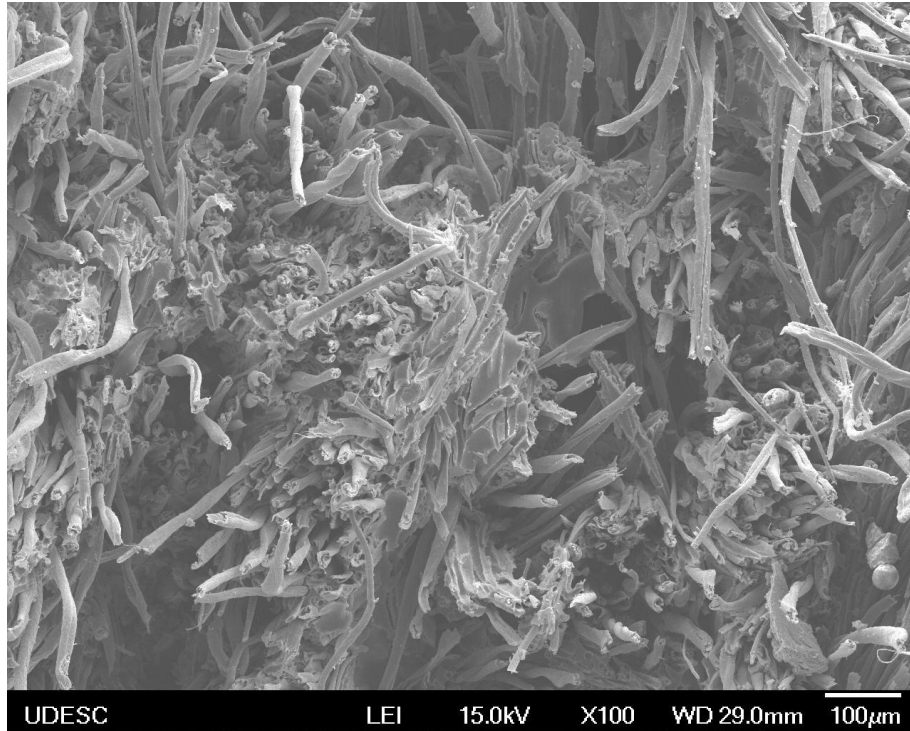


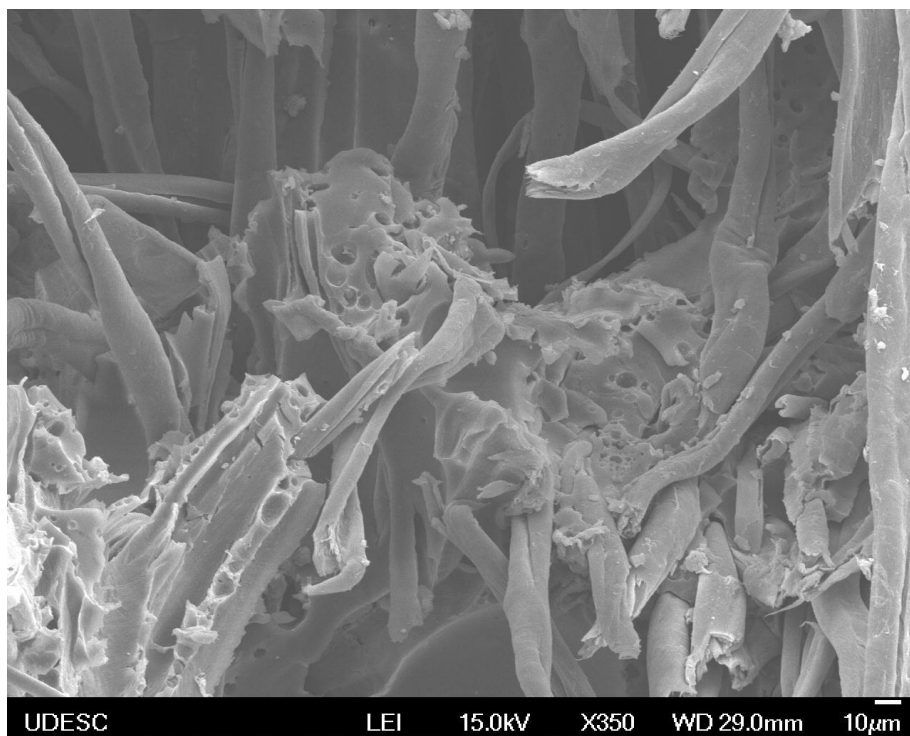
Figura 74 - MEV da fratura do compósito de PU+7FA±90°, com aumento de 750X. Fonte: Autoria própria.

Os compósitos de PU+30%ATH+7FA0° apresentaram uma interface fibra-matriz inferior aos compósitos sem a presença de ATH. A MEV exibiu uma maior presença de *pull out* e porosidade de matriz, esta última não foi encontrada nos laminados de PU+7FA. Na Figura 75 pode ser visto a fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA0°, onde há uma quantidade significativa de fibras que foram arrancadas da matriz, evidenciando uma interface fibra matriz inferior. A presença de poros pode ser observada na Figura 76.

A porosidade e a menor qualidade da interface explicam a queda na tensão máxima suportada a tração quando adicionada a ATH no compósito. As partículas de Alumina tri-hidrata não ficaram evidentes nas fotos da Microscopia Eletrônica de Varredura, o que identifica uma boa homogeneidade entre a poliuretana e a ATH.



**Figura 75 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA0°, com aumento de 100X.
Fonte: Autoria própria.**



**Figura 76 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA0°, com aumento de 350X.
Fonte: Autoria própria.**

Um maior espaçamento entre a fibra e matriz comparado com o compósito de PU+7FA pode ser visto na Figura 77. Ainda na Figura 77 pode ser observada a presença de *pull out* e o rompimento das fibras de algodão e a fratura da matriz.

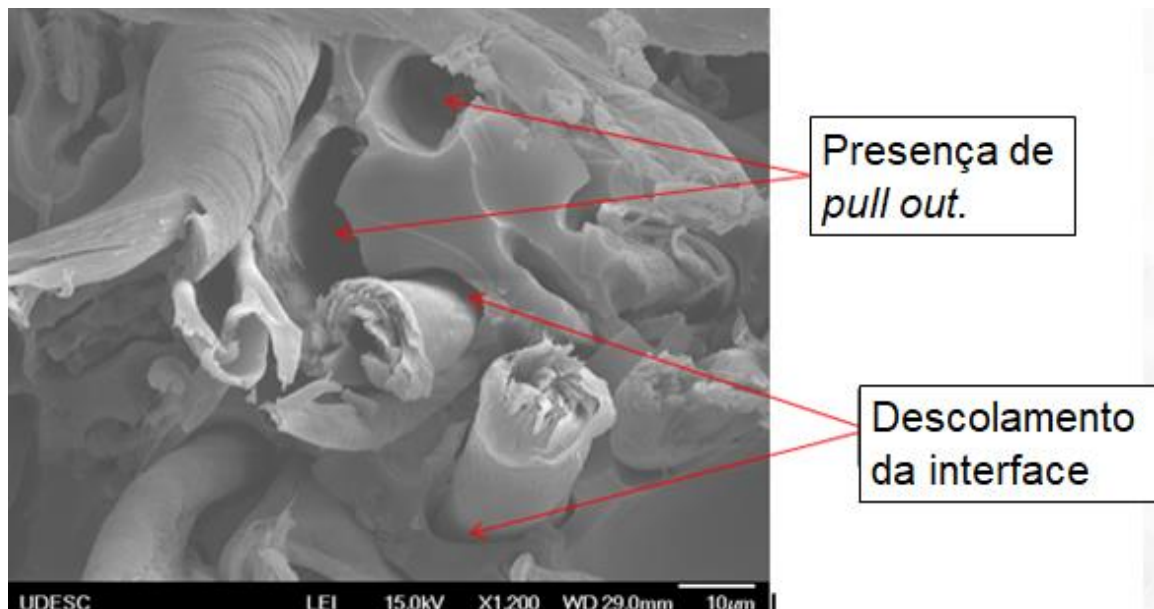


Figura 77 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA0°, com aumento de 1200X.
Fonte: Autoria própria.

Semelhante ao compósito sem ATH, o laminado de PU+30%ATH+7FA±45° também exibiu o descolamento das fibras da superfície da matriz (Figura 78), porém com uma grande presença de vazios (Figura 79).

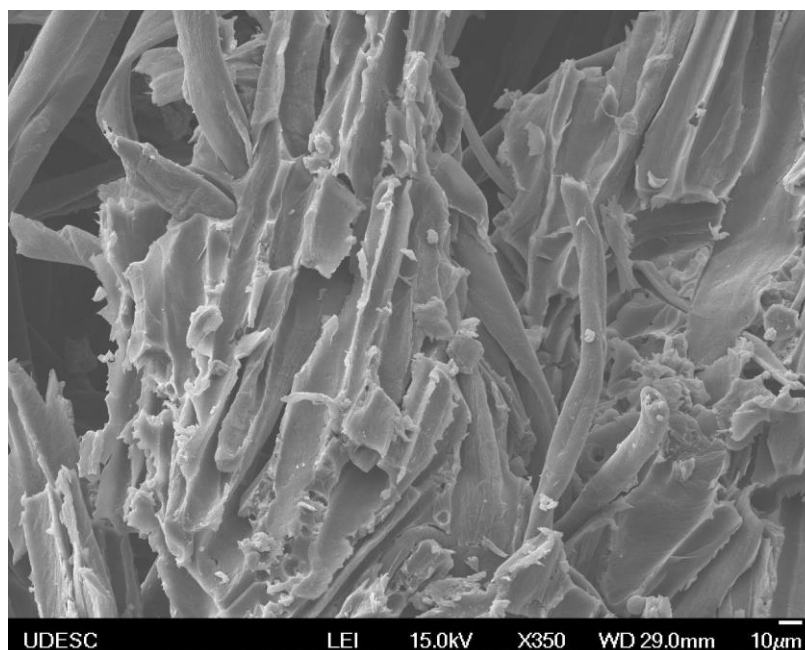
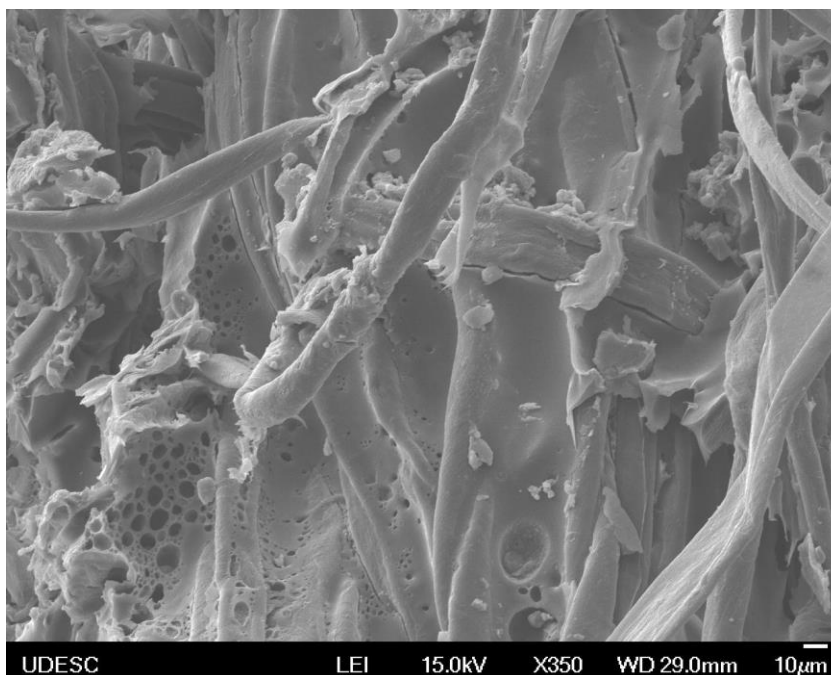


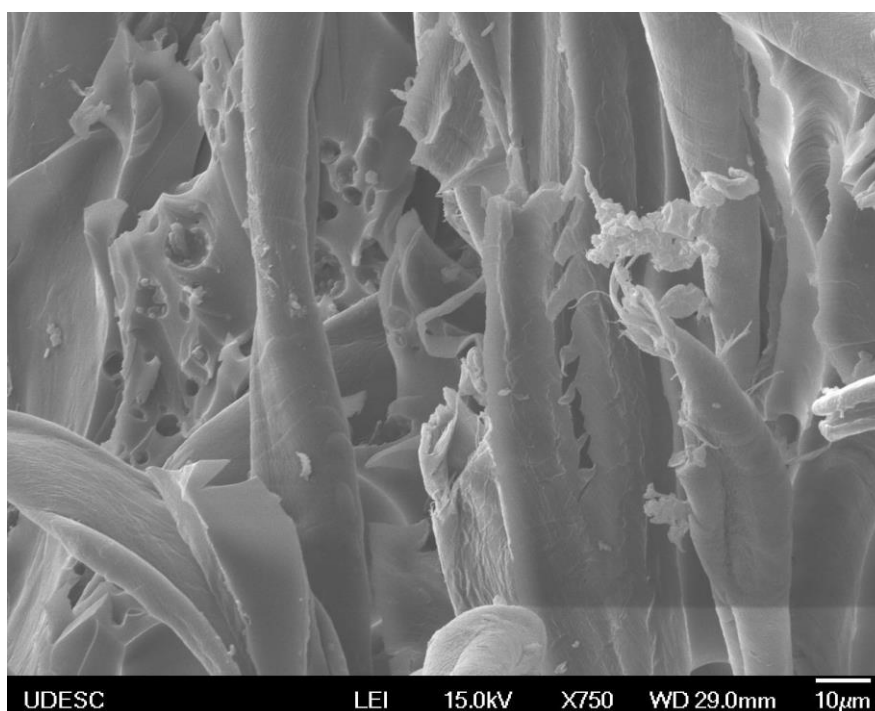
Figura 78 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA±45°, com aumento de 350X.
Fonte: Autoria própria.



**Figura 79 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA \pm 45°, com aumento de 350X.
Fonte: Autoria própria.**

Na Figura 80 pode ser vista a fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA-90°, onde também pode ser identificada a presença de poros na matriz.

Portanto todos os compósitos de PU+30%ATH+7FA apresentaram vazios e uma menor interação das fibras com a matriz, evidenciando as diferenças obtidas nas propriedades mecânicas quando se utiliza a ATH.



**Figura 80 - MEV da fratura do compósito de PU+30%ATH+7FA \pm 45°, com aumento de 350X.
Fonte: Autoria própria.**

8 CONCLUSÕES

Baseado nos objetivos específicos e nos resultados obtidos ao longo do desenvolvimento do trabalho, algumas conclusões podem ser consideradas:

- Os corpos de provas de poliuretana e de poliuretana com adição de ATH, foram fabricados através de moldes abertos de silicone em vaso de pressão. Não apresentaram porosidade aparente.
- O processo de fabricação que foi definido para a produção dos compósitos laminados de PU com tecido de fibra de algodão (PU+7FA) e de PU aditivado com ATH e reforçado com tecido de fibra de algodão (PU+30%ATH+7FA) foi o de moldagem a vácuo, ou também conhecido como bolsa de vácuo, o qual possibilita atingir uma fração volumétrica de reforço de até 70% e reduzida presença de vazios. As placas dos compósitos de PU+7FA e PU+30%ATH+7FA exibiram boa impregnação das fibras e espessura constante de aproximadamente 2,5 a 3 mm.
- Em relação ao ensaio de inflamabilidade na vertical, não foi possível classificar nenhum dos materiais como auto extingüível. Percentuais maiores que 30% devem ser utilizados para verificar a eficiência da ATH na poliuretana em estudo, ou outra forma de distribuir a ATH na superfície do compósito laminado, pois são as superfícies que entram em contato com a chama inicialmente. Para os testes de inflamabilidade horizontal, onde se avalia a velocidade de propagação da chama no material, houve uma redução considerável da velocidade para a poliuretana aditivada com ATH e para o compósito aditivado com ATH. A PU pura apresentou uma velocidade de 21,22 mm/min enquanto para a PU+20%ATH é 11,22 mm/min, praticamente a metade do valor exibido pela PU pura. Não foi possível calcular a velocidade da poliuretana aditivada com 30 % de ATH, pois os 10 corpos de prova não ultrapassaram a marca de 25 mm inicial.
- a PU pura exibiu um módulo de elasticidade de 1,703 GPa e uma máxima tensão a tração de aproximadamente 40 MPa. Com o uso da ATH, como retardante de chama, em diferentes proporções (10%, 20% e 30%), houve um aumento do módulo de elasticidade (E) (Figura 81) e uma redução do limite de resistência (σ máx) e do coeficiente de Poisson (ν), proporcional ao

aumento da quantidade ATH. Semelhante as propriedades mecânicas de tração, o módulo de flexão aumentou e a tensão máxima a flexão diminuiu quando adicionado ATH na poliuretana. A poliuretana aditivada com ATH apresenta-se como um material mais rígido e menos resistente, apresentando fratura frágil.

- Com base nos ensaios de inflamabilidade foi definida a quantidade de ATH que seria aplicada no compósito de PU+ATH+7FA. A poliuretana com adição de ATH que mais se aproximou de ser classificado como um material auto extingüível foi a com 30% de alumina tri-hidratada. Uma quantidade maior que 30% de ATH adicionada a PU não possibilita distribuir a resina ao longo da área das fibras durante o processo de fabricação, pois a mesma se torna muito densa.
- O compósito de PU+7FA é o que exibiu maior velocidade ($29,96 \pm 0,30$ mm/min) e o compósito de PU+30%ATH+7FA foi o que exibiu a menor velocidade de queima ($8,84 \pm 1,54$ mm/min). Logo, com a aplicação da ATH houve uma redução significativa da velocidade, porém, em relação à extinção das chamas a ATH não foi eficiente, não sendo classificados como materiais auto-extingüíveis. Todos os materiais foram classificados como HB (*Horizontal burning*), pois apresentaram velocidade menor que 40 mm/min ou não ultrapassaram a marca de 25 mm do corpo de prova. No Brasil a resolução CONTRAN nº 675 (1986), exige que os revestimentos internos da indústria automobilística tenham uma velocidade de propagação de chama de 250 mm/min. Já nos países com pesquisa avançadas na área, esse valor é de 80 mm/min. Em comparação com esses dados o compósito estudado apresentou valores bem menores do que o exigido.
- O compósito de PU reforçado com FA apresentou um crescimento considerável na máxima tensão suportada média a tração (79 MPa), o módulo de elasticidade ($E=3,7$ GPa) foi praticamente dobrado em relação a PU pura ($E=1,7$ GPa), isso é verdade para as fibras orientadas na mesma direção da força aplicada, 0° . Quanto maior a angulação entre as fibras e a força aplicada, num intervalo de 0 a 90 graus, há uma redução na tensão máxima suportada proporcional, sendo que com fibras orientadas a 90° há uma redução no módulo de elasticidade e no limite de resistência mecânica comparado com a matriz polimérica. O valor máximo do coeficiente de

poisson (1,111) para o compósito de PU+7FA foi obtido quando as fibras são orientadas a $\pm 45^\circ$ e o valor mínimo quando são orientadas a 90° , com fibras orientadas a 0° o coeficiente de poisson se manteve praticamente igual ao apresentado pela matriz do compósito. Materiais com coeficientes de poisson negativos ou maiores que 1 podem ser úteis em projetos estruturais de alta performance (MIKI; MUROTSU, 1989). Em relação as propriedades de flexão, o compósito de PU+7FA, apresentou uma redução do módulo de flexão e da carga máxima de flexão proporcional ao aumento da angulação das fibras, de 0° , $\pm 45^\circ$ e 90° . A carga máxima suportada a flexão do compósito de PU+7FA- 0° (48,379 MPa e 1,530 GPa) exibiu um valor reduzido em relação a apresentada pela PU pura (57,903 MPa), as fibras não atuaram no aumento da resistência a flexão do material, somente no aumento da rigidez, aumentando o módulo de flexão do compósito (2,069 GPa).

- Para os compósitos de PU+30%ATH+7FA com orientação a 0° , a tensão máxima à tração é 60 MPa e o módulo de elasticidade (4,7 GPa) foi praticamente o dobro em relação a PU+30%ATH (2,6 GPa), matriz utilizada para a fabricação deste compósito. Semelhante ao compósito de PU+7FA quanto maior a angulação entre as fibras e a força aplicada, há um redução na tensão máxima suportada, sendo que, o compósito de PU+30%ATH+7FA com fibras orientadas a 90° apresentou valores de propriedades mecânicas inferiores ao da sua matriz de PU+30%ATH, portanto, as fibras não se apresentaram como um fator de reforço do material. O coeficiente de Poisson do compósito de PU+30%ATH+7FA apresentou valores reduzidos comparados com o compósito de PU+7FA, obtendo um material menos ductil, com menor extricção. O maior coeficiente de Poisson foi apresentado pelo compósito com fibras orientadas a $\pm 45^\circ$ (0,502) e o menor pelo compósito com fibras orientadas a 90° (0,037), semelhante ao compósito de PU+7FA. As propriedades de flexão para o laminado de PU+30%ATH+7FA, exibiram uma redução do módulo de flexão e da tensão máxima a flexão quando é aumentado a angulação das fibras, no intervalo de 0 a 90 graus analisado. Para o compósito de PU+30%ATH+7FA- 0° (64,450 MPa), a resistência a flexão foi aumentada comparada com a matriz aplicada no mesmo, PU+30%ATH (48,734 MPa), diferente do compósito de PU+7FA- 0° , que apresentou uma redução na resistência a flexão apresentada por sua

matriz, poliuretana pura. O compósito de PU+30%ATH+7FA exibiu propriedades de flexão com valores maiores que o apresentado pelo compósito sem ATH. O módulo de flexão exibido pelo compósito de PU+30%ATH+7FA^{0°} é de 3,473 GPa, valor maior que o compósito de PU+7FA-0° (2,069 GPa). e que sua matriz, PU+30%ATH (2,259 GPa).

- Para o compósito de PU+7FA o valor do módulo transversal foi de 0,888 GPa e a máxima tensão cisalhante de 16,399 MPa e para o compósito de PU+30%ATH+7FA foi de 0,902 GPa e 9,233 MPa, respectivamente. Logo para forças cortantes o compósito de PU pura, exibiu um melhor comportamento mecânico.
- Para o compósito de PU+7FA a fração volumétrica de reforço é de em média 56% e a fração volumétrica da matriz é de 44%, apresentando uma densidade de aproximadamente 1 g/cm³. Para o compósito aditivado com ATH o valor da fração volumétrica de fibras diminuiu comparado com o compósito com matriz de PU pura, o motivo dessa queda pode estar ligado com o fato de ter sido necessário uma maior quantidade de resina no processo de fabricação das placas laminadas. A média para as frações volumétricas de reforço e matriz calculadas para o laminado de PU aditivada com ATH reforçado com tecido de FA foi de, 42% e 58%, respectivamente.
- O compósito de PU+7FA apresentou uma boa impregnação da resina entre as fibras, pouca presença de *pull out* e homogeneidade do compósito. Quando se adicionou a ATH no compósito, houve uma queda na qualidade da interface fibra-matriz, presença de vazios e maiores ocorrências de *pull out*, o que explica, aliado a uma menor fração volumétrica de reforço exibida, a queda na resistência mecânica a tração nos compósitos de PU+30%ATH+7FA.
- Para aplicações em interiores de veículos de transporte e aeronaves, painéis separadores de ambiente o compósito verde de PU+30%ATH+7FA, apresenta características interessantes. Com uma boa resistência mecânica e baixa velocidade de propagação de chamas, além de contribuir para a redução do impacto ambiental através da utilização de materiais derivados de fontes renováveis e naturais de matéria prima.

9 TRABALHOS FUTUROS

Alguns trabalhos futuros podem ser desenvolvidos para complementar a caracterização do compósito em estudo e novos estudos visando melhorar o comportamento mecânico e de inflamabilidade:

- Em relação ao comportamento de inflamabilidade, estudar a viabilidade de aumentar a quantidade ATH adicionado ao compósito, para melhorar o processo de extinção de chamas do material. Analisar outros tipos de retardantes de chamas existentes que seria adequado para aplicação no compósito verde em estudo, levando em consideração as questões ambientais existentes.
- Em alguns trabalhos, os autores impregnaram as fibras naturais com água, ou com água misturada com retardante de chamas para melhorar o processo de extinção do fogo. Com adição de água nas fibras, as mesmas tendem a aumentar seu diâmetro, aumentando a área de seção e conseqüentemente podendo exibir uma maior resistência mecânica.
- Realizar outros ensaios além dos que foram realizados neste trabalho, como por exemplo, ensaios de impacto, de fadiga, de condutividade térmica e acústica.
- Desenvolver estudos sobre as propriedades térmicas, de decomposição, através de análises Termogravimétricas, ensaio de compostagem e de envelhecimento por UV. Realizar análises dos gases tóxicos emitidos durante o processo de queima.
- Neste trabalho, foram fabricados compósitos sem variar as frações volumétricas de reforço e matriz, verificar se com diferentes frações volumétricas há comportamentos mecânicos com valores máximos e mínimos seria interessante. Em muitas pesquisas, nem sempre com uma quantidade máxima de reforço os materiais compósitos possuem propriedades mecânicas com valores maiores, como uma maior resistência mecânica e um maior módulo de elasticidade.

Essas são algumas ideias que podem ser exploradas e contribuir para desenvolvimento técnico científico de pesquisas futuras.

REFERÊNCIAS

ADAMS D., CARLSSON L. et al. Experimental Characterization of Advanced Composite Materials 3 ed. **CRC Presss**, 2003.

ALOMAYRI, T.; LOW. Synthesis and characterization of mechanical properties in cotton fiber-reinforced geopolymer composites. **Journal of Asian Ceramic Societies**, v.1, p. 30–34, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D638 – 96**: standard test method for tensile properties of plastics. West Conshohocken, 1996.

_____. **ASTM D790 – 03**: Standard Test Method Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, 2002.

_____. **ASTM D635 – 14**: Standard Test Method for Rate of Burning and/or Extent and Time of Burning of Plastics in a Horizontal Position, 2014.

_____. **ASTM D3801 – 10**: Standard Test Method for Measuring the Comparative Burning Characteristics of Solid Plastics in a Vertical Position, 2010.

_____. **ASTM D3039/D3039M – 00**: Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, 1997.

_____. **ASTM D3518/D 3518M – 94**: Standard Test Method for In-Plane Shear Response of Polymer Matrix Composite Materials by Tensile Test of a $\pm 45^\circ$ Laminate, 1994.

_____. **ASTM D3171 – 15**: Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials, 2015.

BEGUM, K.; ISLAM, M.A.. Natural Fiber as a Substitute to Synthetic Fiber in Polymer Composites: A Review. **Research Journal of Engineering Sciences**, 2013. v. 3, p. 46-53. (2013).

BORSOI, Cleide; SCIENZA, Lisete C.; ZATTERA, Ademir J.; ANGRIZANI, Clarissa C. Obtenção e Caracterização de Compósitos Utilizando Poliestireno como Matriz e Resíduos de Fibras de Algodão da Indústria Têxtil como Reforço. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol. 21, n.4, p. 271-279, 2011.

CAETANO, Mário J. L.. Coeficiente de Poisson. Disponível em: <https://ctborracha.com/?page_id=1596> Acessado em: 20 nov. 2017.

CARVALHO, Laura H.; CAVALCANTI, Wilma S.. Propriedades Mecânicas de Tração de Compósitos Poliéster/Tecidos Híbridos Sisal/Vidro. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol. 16, n.1, p. 33-37, 2006.

COSTA, R. R. C. **Aplicabilidade de modelos construtivos para analisar o comportamento mecânico de um biopolímero**. 2007. 171 f. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

COSTA JÚNIOR, C. G.; da SILVA, A. A. X.; COSTA, R. R. C..Fabricação de Corpos de Prova de um Compósito de matriz biopolimérica reforçado com Fibra de Vidro. Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo, v.40, p. 22, 2015.

COSTES, Lucie; LAOUTID, Fouad; BROHEZ, Sylvain; DUBOIS, Philippe. Bio-based flame retardants: When nature meets fire protection. **Material Science and Engineering R**, v. 117, p. 1-25, 2017.

FERNEDA, A. B. **Estudo teórico-experimental do comportamento elastoplástico do poliuretano derivado do óleo de mamona (Ricinus Communis)**. 135 f. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.

FELIX, Taís. **Produção de compósitos e nanocompósitos de poliestireno de alto impacto com propriedades anti-chamas**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, 2010.

FISHER, Bruna da S.; NUNES, Salvelino A., Hidróxido de Magnésio Marinho aplicado em Polietileno como retardante de chama alternativo aos compostos halogenados. **20º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Joinville, Santa Catarina, 2012.

FONSECA, Viviane M.; ALVES, Tatianny S.; BRAZ, Cristiano J. F.; CARVALHO, Laura H. Efeitos da adição de retardantes de chamas nas propriedades mecânicas na inflamabilidade de compósitos poliuretana/tecidos híbridos. **8º Congresso Brasileiro de Polímeros**, 2004.

FURTADO, Samuel Cezinando Ribeiro. **Cálculo estrutural numérico e experimental da carenagem de um veículo**. 2009. 106 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Técnica de Lisboa. 2009.

GALLI, Cecilia Antunes. **Caracterização das Propriedades Mecânicas de Compósitos de Matriz de Epóxi com Fibras de Carbono Unidirecionais**. Trabalho de Conclusão de Curso – Engenharia de Materiais. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2016.

GALLO, J. B.; AGNELLI, J. A. M., Aspectos do Comportamento de Polímeros em Condições de Incêndio. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, 1998.

GARRISON, T. F.; KESSLER, M. R.; LAROCK, R. C.; Effects of unsaturation and different ring-opening methods on the properties of vegetable oil-based polyurethane coatings. **Polymer**, v. 55, p. 1004-1011, 2014.

GIOVEDI, C.; MARINUCCI, G.; ROUSE, P. R.; CLAÚDIO, A. L. L., Determinação das frações volumétricas de compósito de fibra de carbono e matriz epóxi por diferentes metodologias. **XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, 2004.

HULL, T. Richard; WITKOWSKI, Artur; HOLLINGBERY, Luke. Fire retardant action of mineral fillers. **Polymer Degradation and Stability**, v. 96, p. 1462-1469, 2011.

INSTRUÇÃO TÉCNICA Nº 12, DE 05 DE MAIO DE 2011 - Centros esportivos e de exibição – requisitos de segurança contra incêndio. São Paulo, 2011.

JEENCHAM, Rachasit; SUPPAKARN, Nitinat; JARUKUMJORN, Kasama. Effect of flame retardants on flame retardant, mechanical, and thermal properties of sisal fiber/polypropylene composites. **Composites**, Part B, n.56, p. 249–253, 2014.

JEON, In-Yup; SHIN, Sun-Hee; CHOI, Hyun-Jung, YU, Soo-Young; JUNG, Sun-Min; BAEK, Jong-Beom. Heavily aluminated graphene nanoplatelets as an efficient flameretardant. **Carbon**, v. 116, p. 77-83, 2017.

KONG, X.; LIU, G.; CURTIS, J. M. Characterization of canola oil based polyurethane wood adhesives. **International Journal of Adhesion & Adhesives**, v. 31, p. 559-564, 2011.

KOOPS, F. **Caracterização das Propriedades Mecânicas de Tubo Compósito por Ultrassom**, Dissertação (Mestrado), Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2013.

KORONIS, G.; SILVA, A.; FONTUL, M.. Green composites: A review of adequate materials for automotive applications. **Composites: Part B**, v. 44, p. 120-127, 2013.

LOMOV, SV; VERPOEST, I.; ROBITAILLE, F., Manufacturing and internal geometry of textiles. In: Long AC, editor. Design and manufacture of textile composites CRC Press. Cambridge (England): **Woodhead Publishing Ltd.**; 2005. p. 1–61.

LOTTO, Orides Danilo. Desenvolvimento de uma câmara de ensaios de inflamabilidade vertical e horizontal. Trabalho de Conclusão de Curso. Curso de Engenharia Mecânica. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Cornélio Procopio. 2017.

MACHADO, M. L. C.; PEREIRA, N. C.; MIRANDA L. F. & TERENCE M. C. Estudo das propriedades mecânicas e térmicas do polímero Poli-3-hidroxi-butirato (PHB) e de compósitos PHB/pó de madeira. **Polímeros**, n.20, p.65, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0104-14282010005000011>> Acesso em: 07 out. 2015.

MEDEIROS, E. S. de; AGNELLI, J. A. M.; CARVALHO, L. H. de; MATTOSO, L. H. C. Comportamento mecânico de compósitos de resina fenólica reforçados por tecidos híbridos de juta e algodão. **7º Congresso Brasileiro de Polímeros**. 2003.

MENDONÇA, Paulo de Tarso R. **Materiais compostos e estruturas-sanduíche: projeto e análise**. 1ª ed. Tamboré, São Paulo: Manole Ltda., 2005

MISNON, M. L.; ISLAM, M. M.; EPAARACHCHI, J. A. *et al.*, Potentiality of utilizing natural textile materials for engineering composites applications. **Materials and Design**, v. 59, p. 359-368. 2014.

MIKI, Mitsunori; MUROTSU, Yoshisada. The Peculiar Behavior of the Poisson's Ratio of Laminated Fibrous Composites. *JSME International Journal*, v. 32, p. 67-72, 1989.

MIRANDA, Rossana Martins. **Estudo do Comportamento Mecânico de um Eco-compósito para Aplicação como Painéis Divisórios de Ambientes**. 2007. 424 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal doPará. Belém, 2007.

MU, Y.; WAN, X.; HAN, Z.; PENG, Y.; ZHONG, S. Rigid polyurethane foams based on activated soybean meal. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 124, p. 4331-4338, 2011.

NEIRA, Dorivalda Santos Medeiros. **Desenvolvimento de um Compósito de Espuma Rígida de Poliuretana de Mamona e Fibras de sisal para Isolação Térmica**. 2011. 108 f. Dissertação (Doutorado) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2011.

NETTLES, A. T. Basic Mechanics of Laminated Composite Plates (NASA). Marshal Space Flight Center. Alabama, 1994.

NUNES, Salvelino A. **Retardantes de chama halogenados e não halogenados aplicados em poliolefinas**, 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina.

PETRUCCI, R.; NISINI, E.; PUGLIA, D.; SARASINI F.; RALLINI, M.; SANTULLI C.; MINAK G.; KENNY J.M.; Tensile and fatigue characterisation of textile cotton waste/polypropylene laminates. **Composites**, Part B, n.81, p. 84–90, 2015.

PIZZATTO, Leandro; LIZOT, Analice; FIORIO, Rudinei; AMORIM, Cíntia L.; MACHADO, Giovanna; GIOVANELA, Marcelo; ZATTERA, Ademir J.; CRESPO, Janaina S.. Synthesis and characterization of thermoplastic polyurethane/nanoclay composites. **Materials Science and Engineering**, v.29, p. 474 –478, 2009.

QUIRINO, R.L.; da SILVA, T.F.; PAUNE, A.; et al. Synthesis and thermomechanical properties of polyurethanes and biocomposites derived from macauba oil and coconut husk fibers. **Coatings**, 2015. v. 5, p. 527-544. (2015).

RABELLO, Marcelo Silveira. **Aditivação de polímeros**. São Paulo: Artliber, 2000.

RESOLUÇÃO CONTRAN N°675. Requisitos aplicáveis aos materiais de revestimento interno do habitáculo de veículos. 1986.

RIDDELL, Nicole; BAVEL, Bert van; JOGSTEN, Ingrid Ericson; MCCRINDLE, Robert; MCALEES, Alan; CHITTIM, Brock. Examination of technical mixtures of halogen-free phosphorus based flame retardants using multiple analytical techniques. **Chemosphere**, v.176, p. 333-341, 2017.

RODA, Daniel Tietz, **AditivosRetardantes de Chama**. 2014. Disponível em: <<http://www.tudosobreplasticos.com/aditivos/antichamas.asp>>Acesso:14 mar. 2017.

SABINESH, S.; RENALD, C. J.; SATHISH, S.. Investigation on Tensile and Flexural properties of Cotton Fiber Reinforced Isophthalic Polyester Composites. *International Journal of Current Engineering and Technology*, Edição especial - 2, p. 213-219, 2014.

SAM-JUNG, Kim; MOONB, Jin-Bok; GUE-HYUN, Kim; CHANG-SIK, Ha. Mechanical properties of polypropylene/natural fiber composites: Comparison of wood fiber and cotton fiber. **PolymerTesting**, n.27, p. 801–806, 2008.

SANTOS, Manfrine Silva; LOPES, Raimundo Valdan Pereira; LEITE, Jandecy Cabral; AFONSO, Marcus Roberto Binda; HERMENEGILDOL, Eleodoro. Biocompósito de poliéster reforçados por fibra da folha de licuri (*syagros coronata*). *ITEGAM-JETIA*, n.03, v.01, p. 61- 66, 2015.

SCARDINO, F.,**An introduction to textile structures and their behaviour**. Text Struct Compos;3:1–26, 1989.

da SILVA, Virginia Ribeiro. **Espumas Rígidas de Poliuretano Baseadas em Óleos Vegetais Utilizando Rejeitos Industriais Inorgânicos como Carga e Retardante de Chamas**. 2013. 140 f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2013.

SILVA, V. R.; MOSIEWICKI, M. A.; YOSHIDA, M. I.; SILVA, M. C.; STEFANI, P. M.; MARCOVICH, N. E. Polyurethane foams based on modified tung oil and reinforced with rice husk ash II: Mechanical characterization. **PolymerTesting**, v. 32, p. 665-672, 2013.

da SILVA, Vera Lúcia Dias. **Comportamento Mecânico e de Flamabilidade de Compósito de Polipropileno Reciclado com Fibra de coco e Hidróxido de Alumínio**.2006. 119 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Federal do Pará. 2006.

da SILVA, R. V.; AQUINO, E. M. F.; RODRIGUES, L. P. S.; BARROS, A. R. F., Desenvolvimento de um compósito laminado híbrido com fibras natural e sintética. **Revista Matéria**, vol.13, nº.1, 2008.

da SILVA, A. A. X.; *et al.*, Projeto de Câmara de Ensaio de Inflamabilidade Vertical e Horizontal. **Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo**, v.42, p. 94, 2016.

SONDHELM, WS. Technical fabric structures – 1. Woven fabrics. In: Horrocks AR, Anand SC, editors. Handbook of technical textiles. The Textile Institute, North and South America: **Woodhead Publishing Limited**; 2000.

TAGUTI, Marcos, V. H. **Caracterização e modelagem do comportamento mecânico de poliuretana enriquecida com carbonato de cálcio**. 2015. 88f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Cornélio Procópio, 2015.

TITA, Volnei. **Projeto e fabricação de estruturas em materiais compósitos poliméricos**. Universidade de São Paulo, São Carlos, São Paulo, 2006.

VERA, R. V. **Estruturas Aeronáuticas de Interior em Compósito Natural: Fabricação, Análise Estrutural e de Inflamabilidade**. 2012. 118 f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Paulo, 2012.

WAMBUA, P.; IVENS, I.; VERPOEST, I., Natural fibers: can they replace glass and fibre reinforced plastics? **Composites Science and Technology**, v. 63, p. 1259-1264, 2003.