

3

Materiais e métodos

Escolheu-se, para a realização deste trabalho, uma plantação de pupunha, situada no Município Camamu, no Estado do Bahia. As pupunhas tinham idade média de 14 anos de acordo com o fornecedor do material. As amostras de coqueiro foram extraídas do município de Porto de Pedra, no estado de Alagoas. Os coqueiros tinham idade média de 15 anos.

3.1 Análise microestrutural

A partir do estipe das palmeiras *Bactris gasipaes* e *Cocos nucifera* foram preparadas amostras da seção transversal para análise microestrutural por microscopia óptica digital (MOD) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para ambas as análises, as amostras foram inicialmente lixadas e polidas, de acordo com os procedimentos usuais de preparação de superfícies para análise ao microscópio. Esse procedimento consiste em lixar a superfície que será examinada com diferentes granulometrias de lixas, começando com a lixa 100 e passando depois para as lixas 220, 320, 400, 600 e 1200. Após as amostras serem lixadas, elas foram polidas com pasta de diamante com granulometria de 6, 3 e 1 micron. As amostras analisadas por MEV foram ainda previamente metalizadas, com ouro.

As amostras preparadas foram a seguir observadas em um microscópio óptico motorizado (Zeiss AxioPlan 2). Este microscópio possui um porta-amostra controlado por computador, o que permite controlar o movimento x-y-z do deslocamento da amostra e capturar imagens em sequência, de modo que um mosaico de toda a seção transversal da amostra pode ser montado, com resolução suficiente para que medidas quantitativas sejam feitas. As imagens foram capturadas usando uma câmera digital AxioCam HR, com resolução de 1300 x 1300 pixels.

A vantagem em se ter o microscópio acoplado ao computador na elaboração de mosaicos é compensar a diferença de altura da amostra, causada eventualmente durante a preparação ou devido à amostra ser irregular. Esta diferença de altura geraria problemas na focalização da imagem seguinte do mosaico, mas pode ser automaticamente solucionada através do autofoco, a partir de medidas de nitidez de pontos específicos e por comparação desses pontos na imagem seguinte. Essas medidas de nitidez são feitas através do contraste e da intensidade das bordas (Paciornik, 2008).

O fator determinante para o uso da técnica dos mosaicos é que através dela pode-se cobrir grandes regiões de amostras, nas quais as estruturas relevantes são maiores do que o campo em uma dada magnificação (Paciornik, 2008).

O objetivo de se gerar imagens que cobrem toda seção transversal de uma amostra é poder fazer uma análise quantitativa com maior precisão, podendo ainda, através do programa KS400 - Carl Zeiss Vision de processamento de imagem, fazer medidas quantitativas, definir proporções através de atributos de forma, tamanho, intensidade, distribuição espacial e estabelecer segmentações.

Os mosaicos usados nesse trabalho têm 50 imagens cada, distribuídas em 10 colunas e 5 linhas, que alinhadas formam uma grande imagem.

As amostras escolhidas para se fazer os mosaicos, foram duas de pupunha, que já tinham sido previamente ensaiadas em flexão. O critério de escolha dessas amostras, dentre as amostras ensaiadas, foi a maior e a menor resistência à flexão perpendicular às fibras apresentadas por essas amostras. A terceira amostra analisada foi de coqueiro, escolhida aleatoriamente.

As análises no MEV foram feitas com voltagem de aceleração do feixe de elétrons de 10-15 kV, usando-se os detectores de elétrons secundários e retroespalhados.

3.2 Análise termogravimétrica (TGA).

Para a análise termogravimétrica (TGA) foram preparadas amostras moendo-se o estipe em um moinho de facas. O material moído foi analisado usando-se um equipamento Perkin-Elmer TGA modelo Pyris 1, tendo sido feitas duplicatas de cada amostra. A média da massa das amostras analisadas foi de 5,2 mg. A análise foi realizada de 30°C a 650°C, sob atmosfera de nitrogênio com vazão de 20 ml/min, e com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

3.3 Difração de Raios-X (DRX).

Amostras moídas, conforme descrito no item acima, foram também usadas na análise de difração de raios-x. Usou-se o equipamento D-5000 Siemens a 40 kV e 30 mA e a análise foi feita de $2\theta = 5^\circ$ a $2\theta = 80^\circ$, com incrementos de $0,02^\circ$, usando a radiação $\text{CuK}\alpha$. Nesse ensaio foi feita a caracterização da estrutura cristalina e foi determinado o grau de cristalinidade da pupunha.

O índice de cristalinidade (I_c) da celulose foi calculado através da equação, (Martin, 2001), (Segal et al., 1959), (Maldas et al 1991):

—

onde I_1 = intensidade do mínimo de difração, relacionada à parte amorfa ($2\theta = 18,8^\circ$) e I_2 = intensidade do máximo de difração, relacionada à parte cristalina ($2\theta = 22,4^\circ$). Este método foi desenvolvido por Segal e colaboradores (Segal et al., 1959) e tem sido largamente utilizado para o estudo de fibras naturais, (Martin, 2001), (Mwaikambo et al., 2002), (Ferreira et al., 2003), (Maldas et al., 1991), (Tomaz et al., 1994), (Wang et al., 2007), (Meunier-Goddik et al., 1999), (Ass et al., 2006).

3.4 Ensaio de flexão

A partir dos estipes da palmeira *Bactris gasipaes* e *Cocos nucifera* foram usinados corpos de prova com 180,0 mm de comprimento, 25,4 mm de largura e 10,0 mm de espessura. Estes corpos de prova foram ensaiados à flexão em três pontos em uma máquina de ensaio universal com 10 kN de capacidade. Foram ensaiados 6 corpos de prova para cada grupo de testes realizados.

O ensaio de flexão em três pontos consiste em apoiar as amostras pelas extremidades e aplicar uma carga no centro do corpo de prova, conforme está mostrado na Figura 10. A carga é aplicada perpendicular às fibras, por meio de um cutelo central. A velocidade de aplicação da carga foi de 2,54 mm/min e a razão vão/espessura foi de 16, conforme a norma ASTM D790.

Foram ensaiados cinco grupos de amostras, sendo 3 deles de pupunha, um de coqueiro e outro de maçaranduba.

Para a pupunha, além de amostras ensaiadas como recebidas (ou seja, sem qualquer tratamento) foram ensaiadas amostras submetidas a um envelhecimento acelerado por exposição à radiação UV e umidade e amostras envelhecidas por imersão em água.

O envelhecimento por UV e umidade foi realizado em uma câmara com umidade e temperaturas controladas e teve como objetivo acelerar os efeitos do tempo de exposição outdoor do material. As amostras foram submetidas a ciclos de UV\temperatura e umidade\temperatura. Esses ciclos consistiram de exposição ao UV, a 60°C, por 4h e exposição a umidade, sem UV, a 50°C por 4h. Assim, ao longo de um dia tem-se uma exposição ao UV por 12h, a 60°C e uma exposição a um ambiente úmido por 12h, a 50°C, sem UV.

Esse ensaio foi feito na Universidade Federal de Campina Grande, em um equipamento Comexim UVA/UVB capaz de operar em ciclos de UV, umidade e temperatura.

As amostras envelhecidas por imersão em água foram colocadas inicialmente em uma estufa por um mês. A seguir, foram imersas em um recipiente com água destilada, de modo que todas as suas superfícies estivessem livres para haver penetração de água, conforme mostrado na Figura 11. Após 9 meses de imersão os corpos de prova foram retirados e testados ainda úmidos.

As amostras de coqueiro foram ensaiadas sem nenhum tratamento, assim como as de maçaranduba. Apesar das dimensões terem sido um pouco menores, 20 mm a menos no comprimento, a razão vão/espessura foi mantida. O principal motivo de ensaiar a maçaranduba é ter uma referência conhecida, para se usar na comparação de dados gerados pela mesma máquina de ensaio.

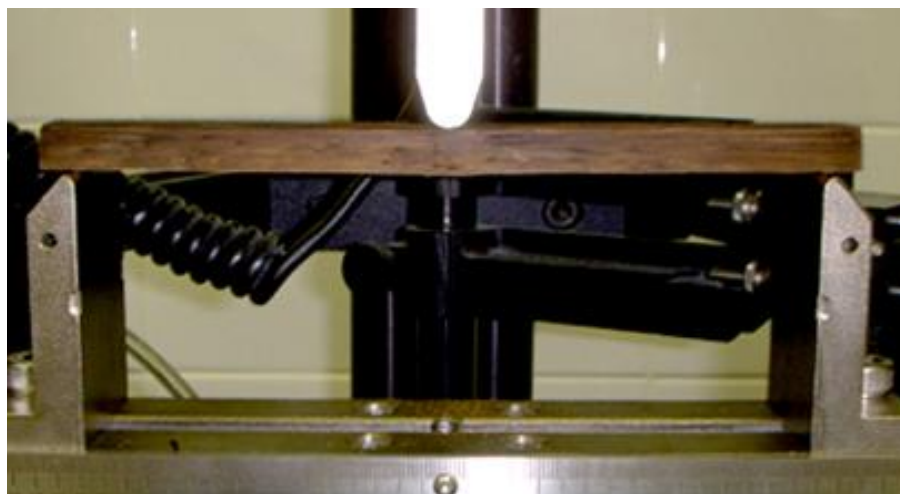


Figura 10 - Corpo de prova posicionado para realização do ensaio de flexão.

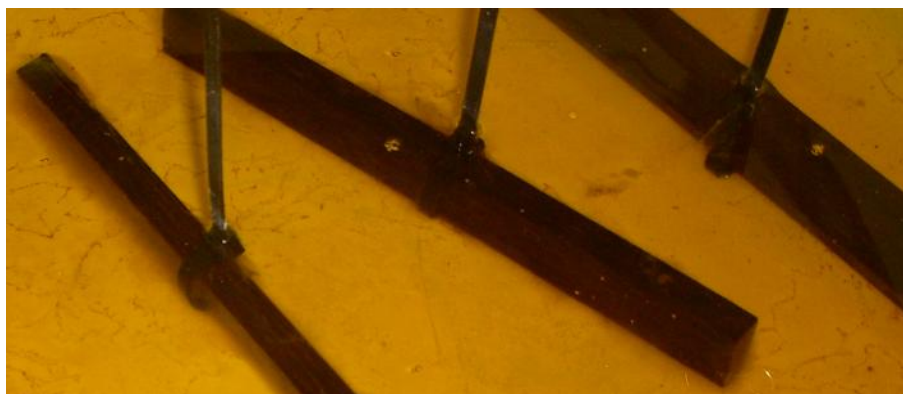


Figura 11 - Amostras imersas em água destilada.

3.5 Ensaio de resistência à compressão axial

Na qualificação de uma espécie lenhosa, quanto à sua resistência à compressão axial, utilizam-se corpos de prova com dimensões de 2 x 3 x 5 cm, sendo a maior dimensão na direção das fibras. (Beraldo et al., 2003).

O ensaio foi realizado colocando-se as amostras em uma prensa de compressão, Figura 12, acoplada a uma célula de carga de 5 toneladas, e fazendo-se um carregamento contínuo até a ruptura dos corpos de prova, sendo determinado apenas os valores de tensão de ruptura (módulo de ruptura – MOR). Foi adotado o deslocamento do cabeçote na taxa de 100 kgf/min, conforme recomendações da NBR 7190 (ABNT, 1997). Esses ensaios foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Civil da PUC-Rio.

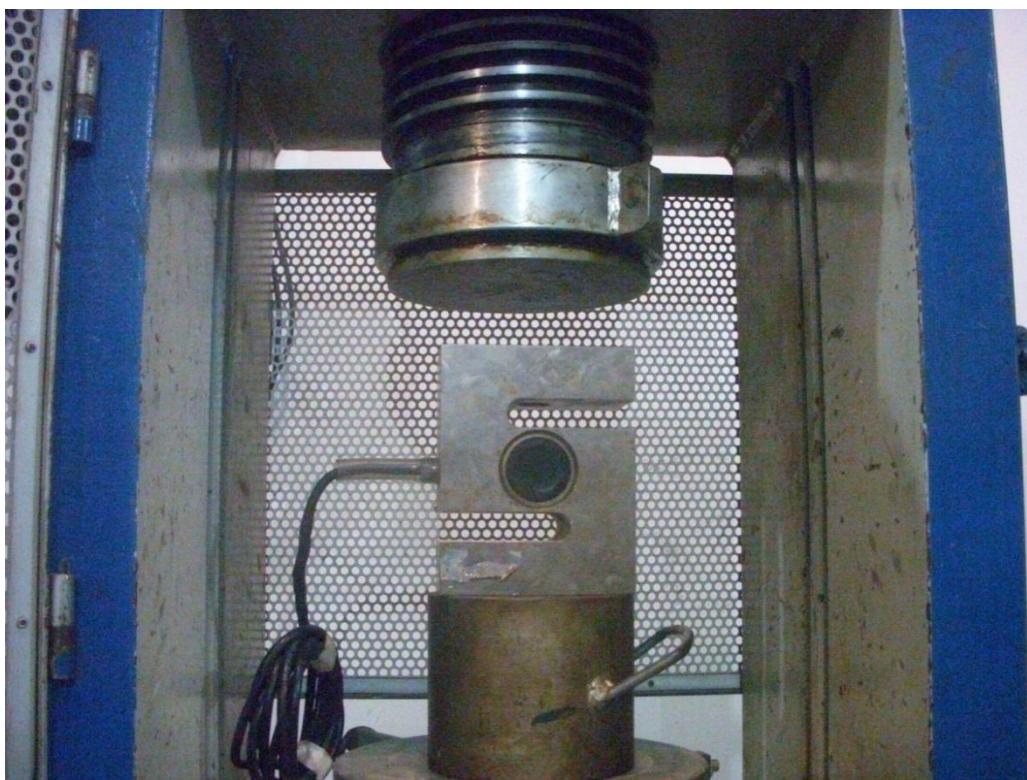


Figura 12 - Dispositivo de discos planos usado para realização do ensaio de compressão.

3.6 Ensaio de cisalhamento na linha de cola

Os corpos de prova para esse ensaio foram preparados conforme a metodologia descrita por Carrasco et al., (1995) que consiste em unir 3 peças do material, com 20 mm de largura x 3 mm de espessura x 50 mm de altura, tendo uma área colada é de 8 cm² em ambos os lados, Figura 13. Esta união foi feita com diferentes adesivos, sendo ensaiadas 5 amostras para cada adesivo.

Além desses corpos de prova, que seguiram a metodologia proposta por Carrasco (1995) também foram preparadas amostras com maior espessura. Isso foi feito devido à problemas verificados durante a realização dos ensaios, quando a resistência da junção excedeu o resistência ao esmagamento dos corpos de prova. Estes novos corpos de prova foram usinados com as seguintes dimensões: 20x10x50 mm.



Figura 13 - Corpos de prova de coqueiro e pupunha, respectivamente, usados no ensaio de cisalhamento na linha de cola.

O ensaio consiste em comprimir a amostra na direção paralela às fibras, conforme está mostrado na Figura 14, com uma carga contínua, até que a linha de cola cisalhe. Foi adotado um deslocamento do cabeçote de 100 kgf/min (≈ 10 mm/min), conforme recomendações da NBR 7190 (ABNT, 1997).

Esse ensaio tem como objetivo principal avaliar a resistência da união entre as madeiras de pupunha e de coqueiro por meio de adesivos comuns, suprimindo a principal limitação do uso do estipe das palmeiras como material de construção, que está relacionada as dimensões restritas da parte aproveitável do caule. O uso de substâncias adesivas com a finalidade de unir partes de madeira providas de palmeiras, pode levar à obtenção de peças com largura e espessura maiores do que as obtidas diretamente do estipe da palmeira.



Figura 14 - Corpo de prova posicionado para realização do ensaio de cisalhamento na linha de cola na máquina de ensaio.

Para a fabricação dos corpos de prova foram usados os adesivos,:

i) Cascophen RS-216-M

É uma resina sintética à base de resorcinol-formaldeído, que produz juntas resistentes à imersão em água fria ou quente, sendo utilizada nas indústrias naval e de madeira laminada colada (Oliveira, 2005)

ii) Cascorez – Extra

Cola Branca, de emulsão aquosa, à base de acetato de polivinila (PVA), indicada para colagem de materiais porosos tais como madeira, tacos, compensados, aglomerados, laminados decorativos, tecidos e papéis. Também são obtidas excelentes colagens em revestimento sobre concreto, cimento, madeira e móveis em geral. Resistente à umidade e de média viscosidade, que após seca apresenta uma película transparente, plastificada, de alta resistência ao descolamento. (Oliveira, 2005)

iii) Kehl - I 201

Adesivo de poliuretano a base de mamona, o qual apresenta como especificações técnicas nenhuma emissão de formaldeído e ausência de extensor. (Macedo, 2008)

Apesar do adesivo fabricado pela Kehl ser de origem vegetal, ele usa os endurecedores usados pelos adesivos poliuretanos derivados de petróleo que são altamente tóxicos, são eles os isocianatos. Estes são conhecidos por penetrar e estabelecer ligações covalentes com os grupos hidroxilas presentes na madeira, formando assim um compósito madeira /isocianato (Sonnenschein et al., 2005)

iv) Impermaster v

É um produto bicomponente à base de resina poliuretana de origem vegetal. Esta resina é isenta de solventes (100 % sólidos), livre de metais pesados, isentos de toxicidade e possui biodegradabilidade compatível com sua vida útil. (Construquil, 2001)

v) Flex gel

O produto Loctite® flex gel é um adesivo de cianocrilato, monocomponente, de cura rápida, especialmente formulado para substratos difíceis de aderir. A consistência de gel impede o deslizamento das partes unidas, mesmo em superfícies verticais, sendo indicado para materiais porosos.(Loctite, 2002)

vi) 401

O produto Loctite® 401 é um adesivo de cianoacrilato, monocomponente, de baixa viscosidade e cura rápida. Este produto é menos dependente de umidade superficial para a velocidade da cura do que outros cianoacrilatos. .(Loctite, 2002)

vii) Resina epóxi

Além de uso como adesivos nas indústrias eletrônicas e na construção civil, as resinas epóxi também são utilizadas como adesivos de metais, madeiras e onde houver necessidade de um adesivo termofixo de grande poder aderente. Tem como característica boa resistência química, térmica, mecânica e à abrasão, estabilidade dimensional, e pode ser moldada a frio. É um termofixo que combina boa processabilidade, baixa retração durante a cura, rigidez estrutural e estabilidade dimensional. Porém apresenta, como a maioria dos termofixos, fragilidade e sensibilidade ao entalhe, devido à alta densidade da cadeia.(Bluma, 2010)

3.7 Ensaio de abrasão

O ensaio de resistência à abrasão foi executado conforme as recomendações da norma DIN 53 516 e consiste em determinar a resistência do material ao desgaste, em um abrasímetro, para um percurso estimado de 40 m. Ou seja, este ensaio simula o arraste de um determinado objeto sobre um piso acabado.

O teste de abrasão foi realizado no Laboratório de Compósitos da PUC-RIO, utilizando uma lixa (grânulos de areia) número 60 em um abrasímetro AP-40, mostrado na Figura 15.

Para a confecção dos corpos-de-prova, os materiais foram cortados em blocos de 2 x 2 cm, e posteriormente torneados até atingirem a forma cilíndrica, com diâmetro de $16 \pm 0,2$ mm e altura média de 1,5 cm, conforme mostrado na Figura 16. A resistência à abrasão foi calculada em função da perda de massa sofrida pelo material para o percurso de 40 metros.



Figura 15 - Abrasímetro AP-40 utilizado.



Figura 16 - Corpos de prova do ensaio de abrasão

3.8 Determinação do teor de umidade

Este ensaio consiste em determinar o teor de umidade da madeira através de uma expressão que utiliza a massa inicial e a massa seca da madeira, em gramas, ou seja:

$$\text{Teor de umidade (\%)} = \frac{m_i - m_s}{m_s} \times 100$$

onde m_i é a massa inicial e m_s é a massa seca.

Para este ensaio foram usados 3 corpos-de-prova de 2 x 3 x 5 cm, com a maior dimensão na direção das fibras. As amostras foram inicialmente pesadas em uma balança com precisão de $\pm 0,01$ g. A seguir foram secas em uma estufa, com temperatura regulada de 103 ± 2 °C, onde permaneceram até atingir massa constante e, então, foram novamente pesadas.

3.9. Determinação da densidade.

Segundo as recomendações da NBR 7190 (ABNT, 1997) a densidade básica é dada por :

—

Assim, para calculá-la, é preciso achar a massa seca (m_s , em kg) e o volume saturado (V_{sat} , em m^3). O volume saturado foi obtido colocando os corpos de prova submersos em água até atingirem massa constante. A massa seca foi determinada pelos mesmos procedimentos do ensaio anterior.

É possível também determinar a densidade aparente, definida por:

—

onde m_{12} é a massa e v_{12} é o volume, respectivamente, de corpos de prova com teor de umidade de 12 %.