

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

ANDRESSA TEIXEIRA SOUZA

**CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS
REFORÇADOS COM FIBRAS DE CARANÃ**

**RIO DE JANEIRO
2020**

©2020

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Souza, Andressa Teixeira.

CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS DE CARANÃ / Andressa Teixeira Souza.

– Rio de Janeiro, 2020.

90 f.

Orientador(es): Lúcio Fabio Cassiano Nascimento e Sergio Neves Monteiro.

Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2020.

1. Caranã. 2. Caracterização. 3. Compósitos Epoxídicos. i. Nascimento, Lúcio Fabio Cassiano (orient.) ii. Monteiro, Sergio Neves (orient.) iii. Título

ANDRESSA TEIXEIRA SOUZA

CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS
REFORÇADOS COM FIBRAS DE CARANÃ

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em
Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia,
como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre
em Ciência em Ciência dos Materiais.

Orientador(es): Lúcio Fabio Cassiano Nascimento, D.Sc.
Sergio Neves Monteiro, Ph.D.

Rio de Janeiro

2020

ANDRESSA TEIXEIRA SOUZA

**CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES DE
COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS
COM FIBRAS DE CARANÃ**

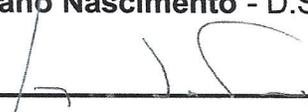
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

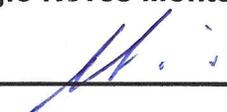
Orientador(es): Lucio Fabio Cassiano Nascimento e Sérgio Neves Monteiro.

Aprovado em Rio de Janeiro, 01 de setembro de 2020, pela seguinte banca examinadora:



Prof. **Lucio Fabio Cassiano Nascimento** - D.Sc. do IME – Presidente


Prof. **Sérgio Neves Monteiro** - Ph.D do IME


Prof. **André Ben-Hur da Silva Figueiredo** - D.Sc. do IME


Prof. **Fernanda Santos da Luz** - D.Sc. do IME


Prof. **Fábio de Oliveira Braga** - D.Sc. da UFF/SENAI.

Rio de Janeiro
2020

Dedico esse trabalho aos meus pais: Angela e Renato.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, meu companheiro e Senhor.

Aos meus queridos pais que não tiveram as mesmas oportunidades que eu, mas que sempre fizeram de tudo para que nada me faltasse, principalmente amor. Obrigada!

Ao meu irmão Alan que me incentivou, apoiou e contribuiu para a realização de mais uma meta de vida.

Ao meu sobrinho Enzo que é luz na minha vida.

A toda minha família: avós, tios(as) e primos(as), pelo companheirismo e por sempre acreditarem nos meus estudos.

Aos amigos que são como irmãos e que fizeram parte desta minha trajetória até aqui torcendo pelo meu sucesso. Vocês são inúmeros, mas gostaria de destacar alguns: Gabi, Suelen, Renata, Raiza e Bia.

A todos os amigos que o mestrado me deu em especial Magno, Yuri, Débora, Mattheus, Michelle, Lucas, Raí, Luana, Fernanda e Wesley.

Ao professor e Major Lúcio por toda a orientação e confiança. Minha eterna gratidão!

A segunda família do laboratório de fibras naturais em destaque o professor Sérgio Neves que é um incentivador a pesquisa e sempre apoiou todo o grupo.

Ao Instituto Militar de Engenharia do Rio de Janeiro e todo seu corpo docente por me proporcionarem crescimento profissional e pessoal.

A CAPES (Coordenação de Apoio à Pessoal de Ensino Superior) pelo apoio financeiro para o desenvolvimento desse trabalho.

*Seja menos curioso sobre as pessoas
e mais curioso sobre as ideias (Marie Curie).*

RESUMO

Uma crescente preocupação ambiental está aumentando a busca por novos materiais sustentáveis. Nesse cenário, as fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) se tornaram uma alternativa importante para substituir as fibras sintéticas comumente usadas como reforço de compósitos. Nesse sentido, FNLs desconhecidas, como a fibra de caranã (*Mauritiella Armata*) encontrada nas florestas tropicais da América do Sul, revelaram propriedades promissoras para aplicações de engenharia. Assim, pela primeira vez, o presente trabalho realizou uma caracterização técnica de compósitos incorporados à fibra de caranã. Para isso, as fibras de caranã foram submetidas a ensaios de tração, pullout, análise termogravimétrica (TGA), análise de calorimetria diferencial de varredura (DSC), métodos analíticos para determinação da composição química, difração de raios X (DRX), espectroscopia do infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para os compósitos foram estudadas as frações de 10%, 20% e 30% v/v das fibras contínuas e alinhadas. Nesse caso as análises ocorreram através de ensaio de tração, impacto, TGA e DSC. Resumidamente, os resultados indicam que a fibra de caranã melhora significativamente a resistência à tração dos compósitos de resina epóxi. Além disso, pode-se dizer que o módulo de elasticidade do epóxi aumentou com o volume de fibras incorporado a matriz. Os resultados mais promissores foram obtidos para um percentual de reforço de 30% em volume de fibras. Assim como nos resultados de caracterização mecânica os ensaios térmicos revelaram que compósitos reforçados com 30% da fibra possuem maior estabilidade térmica em relação aos demais estudados neste trabalho. Essas conclusões acentuam o potencial de utilização da fibra de caranã como reforço em compósitos de matriz epóxi.

Palavras-chave: Fibra de caranã, materiais compósitos, resina epóxi.

ABSTRACT

A growing environmental concern is increasing the search for new sustainable materials. In this scenario, natural lignocellulosic fibers (NLFs) became an important alternative to replace synthetic fibers commonly used as composites reinforcement. In this regard, unknown NLFs such as the caranan fiber (*Mauritiella Armata*) found in South American rain forests revealed promising properties for engineering applications. Thus, for the first time, the present work conducted a technical characterization of caranan fiber incorporated composites. For this, the caranan fibers were submitted to tensile tests, pullout, thermogravimetric analysis (TGA), differential scanning calorimetry analysis (DSC), analytical methods for determining chemical composition, x-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and scanning electron microscopy (SEM). For composites, the fractions of 10 %, 20 % and 30 % v / v of the continuous and aligned fibers were studied. In this case, the analyzes took place through tensile test, impact, TGA and DSC. In summary, the results indicate that caranan fiber significantly improves the tensile strength of epoxy resin composites. In addition, it can be said that the modulus of elasticity of the epoxy increased with the volume of fibers incorporated into the matrix. The most promising results were obtained for a reinforcement percentage of 30 % by volume of caranan fibers. As with the mechanical characterization results, thermal tests revealed that composites reinforced with 30 % of the caranan fiber have greater thermal stability in relation to the others studied in this work. These conclusions emphasize the potential for using caranan as reinforcement in epoxy matrix composites.

Keywords: Caranan fiber, composite material, epoxy resin.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| | |
|--|----|
| Figura 2.1 – Classificação dos materiais compósitos. | 22 |
| Figura 2.2 – Reação de produção da resina epóxi. | 23 |
| Figura 2.3 – Microestrutura de uma fibra natural lignocelulósica. | 26 |
| Figura 2.4 – Mauritiella Armata - Encontrada no acervo do Jardim Botânico do Rio de Janeiro. | 28 |
| Figura 2.5 – Caranãzeiro (a) Um grupo de Mauritiella Armata ao longo do rio Tiquié, Amazonas - BR (b) tronco com espinhos (c) frutos encontrados no mercado Bélen, Iquitos - PE. | 29 |
| Figura 2.6 – Configuração teste balístico. | 31 |
| Figura 3.1 – Processo de desfibrilação das fibras de caranã (a) pecíolos da fibra (b) fibras de caranã isoladas. | 34 |
| Figura 3.2 – Materiais utilizados para confecção da placa compósita (a) desmoldante (b) resina epóxi e endurecedor (c) molde metálico | 35 |
| Figura 3.3 – Amostra preparada para ensaio de tração das fibras individuais. | 40 |
| Figura 3.4 – Corpo de prova utilizado no ensaio de pullout, onde L (Comprimento do Embutimento) variou de 2 a 30 mm. | 41 |
| Figura 3.5 – Placa de resina epóxi e seus compósitos com diferentes percentuais de fibra caranã v/v. | 43 |
| Figura 3.6 – Modelo do corpo de prova para ensaio de tração do compósito epóxi + caranã (a) medidas segundo a norma <i>ASTM D3039</i> (b) corpos de prova de 0%, A1; 10%, B1; 20%, C1 e 30%, D1. | 44 |
| Figura 3.7 – Corpos de prova ensaio de impacto izod. (a) medida do entalhe (b) medida de comprimento e espessura (c) algumas amostras de 10%vol. | 45 |
| Figura 3.8 – Aparato utilizado no teste balístico: (a) provete (b) cronógrafo | 46 |
| Figura 4.1 – Diagrama de caracterizações. | 50 |
| Figura 4.2 – Imagens de MEV (400x) da seção transversal da fibra de caranã. | 51 |
| Figura 4.3 – Distribuição de frequências das dimensões médias da seção transversal das fibras de Caranã (μm) | 52 |
| Figura 4.4 – Imagens de MEV de uma fibra grossa de Caranã: (a) aumento 600x (b) aumento 100x. | 53 |
| Figura 4.5 – Composição química da fibra de caranã com desvio padrão. | 55 |
| Figura 4.6 – Alfa celulose da fibra de caranã | 56 |
| Figura 4.7 – FTIR da fibra de caranã. | 57 |
| Figura 4.8 – Difratoograma das fibras de caranã. | 59 |
| Figura 4.9 – Tensão máxima x diâmetro das fibras de caranã. | 60 |
| Figura 4.10–(a) MEV - 100x fibra fina de caranã (b) MEV - 100x fibra grossa caranã. | 61 |

| | |
|---|----|
| Figura 4.11–Curva típica de tensão x deformação das fibras de caranã para diferentes intervalos de diâmetro. | 62 |
| Figura 4.12–Ensaio de pullout das fibras de caranã. | 63 |
| Figura 4.13–Curvas de TGA/DTG da fibra de caranã. | 64 |
| Figura 4.14–Curva de DSC para fibra de caranã. | 65 |
| Figura 4.15–Corpos de prova do compósito epóxi-caranã após o ensaio de tração. . . | 66 |
| Figura 4.16–Gráfico de variação de (a) resistência à tração (b) total de deformação (c) tenacidade (d) módulo elástico. | 67 |
| Figura 4.17–Gráficos Weibull em tração para os diferentes compósitos reforçados com fibra de caranã. | 68 |
| Figura 4.18–Imagens de MEV (400x) para o ensaio de tração (a) resina epóxi pura (b) compósito de resina epóxi reforçado com 10% de fibra de caranã. . . | 69 |
| Figura 4.19–Imagens de MEV (400x) para o ensaio de tração dos compósitos (a) 20% em volume (b) 30% em volume. | 69 |
| Figura 4.20–Corpos de prova fraturados após ensaio de impacto izod. (a) 0% (b) 10%. . | 70 |
| Figura 4.21–Corpos de prova fraturados após ensaio de impacto izod. (a) 20% (b) 30%. | 71 |
| Figura 4.22–Resultados do teste de impacto izod para as diferentes porcentagens de reforço. | 71 |
| Figura 4.23–Curvas de TGA/DTG para o compósito de epóxi reforçado com 10% de fibra caranã. | 73 |
| Figura 4.24–Curvas de TGA/DTG para o compósito de epóxi reforçado com 20% de fibra caranã. | 74 |
| Figura 4.25–Curvas de TGA/DTG para o compósito de epóxi reforçado com 30% de fibra caranã. | 74 |
| Figura 4.26–Curvas de DSC da fibra de caranã, resina epóxi e seus compósitos. . . . | 75 |
| Figura 4.27–Amostra após o ensaio de velocidade residual. | 77 |
| Figura 4.28–Gráfico de Weibull para energia absorvida no ensaio de velocidade residual. . | 78 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|----|
| Tabela 2.1 – Principais propriedades da resina epoxídica. | 24 |
| Tabela 2.2 – Ângulo microfibrilar de algumas fibras naturais. | 25 |
| Tabela 2.3 – Densidade e propriedades mecânicas de algumas fibras. | 27 |
| Tabela 2.4 – Nível de proteção do sistema de blindagem quanto ao impacto balístico. | 30 |
| Tabela 2.5 – Velocidade de ondas elásticas. | 33 |
| Tabela 3.1 – Análise de variância de um experimento totalmente ao acaso. | 48 |
| Tabela 4.1 – Diferentes intervalos de dimensões da fibra de caranã. | 52 |
| Tabela 4.2 – Parâmetros de Weibull para os intervalos de densidade da fibra de caranã. | 53 |
| Tabela 4.3 – Percentual de umidade da fibra de caranã (%). | 54 |
| Tabela 4.4 – Comparação de composições químicas da fibra de caranã com outras fibras lignocelulósicas. | 55 |
| Tabela 4.5 – Resultados de FTIR da fibra de caranã. | 57 |
| Tabela 4.6 – Resultados para o ensaio de tração das fibras de caranã mais seus parâmetros de Weibull. | 60 |
| Tabela 4.7 – ANOVA para o ensaio de tração das fibras de caranã. | 61 |
| Tabela 4.8 – Resultados para ensaio de tração do compósito epóxi-caranã. | 66 |
| Tabela 4.9 – Parâmetros de Weibull para resistência à tração de compósitos epóxi reforçados com fibra de caranã. | 68 |
| Tabela 4.10–Energia de impacto izod (J/m) para resina epóxi pura e seus compósitos reforçados com fibra de caranã. | 70 |
| Tabela 4.11–Resultados de ANOVA para o ensaio de impacto izod. | 72 |
| Tabela 4.12–Diferentes perdas de peso do compósito de acordo com seu volume. . . | 72 |
| Tabela 4.13–Informações sobre a temperatura de transição vítrea (Tg) em diferentes condições. | 76 |
| Tabela 4.14–Energia de absorção da amostra de compósito 30%vol de fibra. | 76 |
| Tabela 4.15–Ensaio de energia de absorção. | 77 |
| Tabela 4.16–Valores de velocidade limite do presente trabalho e de outros autores. . | 78 |
| Tabela 4.17–Distribuição de Weibull para energia absorvida do compósito epóxi- caranã 30%vol. | 78 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

| | |
|-------|--|
| ASTM | American Society for Testing and Materials |
| AMF | Ângulo Microfibrilar |
| ABNT | Associação Brasileira de Normas Técnicas |
| D.M.S | Diferença Mínima Significativa |
| DRX | Difração de Raio X |
| DGEBA | Diglicidil Éter de Bisfenol A |
| FTIR | Espectroscopia no Infravermelho |
| FNLs | Fibras Naturais Lignocelulósicas |
| IMA | Instituto de Macromoléculas professora Eloisa Mano |
| NIJ | Instituto Nacional de Justiça dos Estados Unidos |
| IME | Instituto Militar de Engenharia |
| LNDC | Laboratório de Ensaios Não Destrutivos Corrosão e Soldagem |
| UENF | Universidade Estadual do Norte Fluminense |
| UFCA | Universidade Federal do Cariri |
| UFRJ | Universidade Federal do Rio de Janeiro |

LISTA DE SÍMBOLOS

| | |
|--------------------------------|--|
| AL | Alongamento percentual |
| l_c | Comprimento Crítico |
| ρ | Densidade Específica |
| d | Diâmetro da Fibra |
| E_{abs} | Energia Absorvida |
| E_{abs}^* | Energia Absorvida sem amostra |
| E_c | Energia Cinética |
| GL | Graus de Liberdade |
| $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ | Inclinação da Curva Tensão (σ) <i>versus</i> Deformação (ε) |
| V_{50} | Limite Balístico |
| LRT | Limite de Resistência à Tração |
| σ_f | Limite de Resistência à Tração da Fibra |
| m_p | Massa do Projétil |
| E | Módulo de Elasticidade |
| QM | Quadrado Médio |
| QMTr | Quadrado Médio de Tratamento |
| QMR | Quadrado Médio do Resíduo |
| σ | Resistência à Tração |
| SQ | Soma dos Quadrados |
| SQTr | Soma dos Quadrados de Tratamento |
| SQR | Soma dos Quadrados do Resíduo |
| SQT | Soma dos Quadrados Totais |
| T_{onset} | Temperatura de Início de Perda de Massa |
| Tg | Temperatura de Transição Vítrea |

| | |
|--------------------|-----------------------------------|
| K_{IC} | Tenacidade à Fratura |
| V_p | Velocidade da Onda Plástica |
| $V_{cisalhamento}$ | Velocidade de Cisalhamento |
| V_i | Velocidade de impacto do Projétil |
| V_E | Velocidade Elástica |
| V_0 | Velocidade do Projétil |
| VL | Velocidade Limite |
| V_r | Velocidade Residual |

SUMÁRIO

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | INTRODUÇÃO | 17 |
| 1.1 | JUSTIFICATIVA DO TRABALHO | 18 |
| 1.2 | OBJETIVO GERAL | 18 |
| 1.3 | OBJETIVOS ESPECÍFICOS | 18 |
| 2 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 20 |
| 2.1 | MATERIAIS POLIMÉRICOS | 20 |
| 2.2 | MATERIAIS COMPÓSITOS | 21 |
| 2.3 | RESINA EPÓXI E SUAS APLICAÇÕES | 22 |
| 2.4 | FIBRAS NATURAIS LIGNOCELULÓSICAS (FNLS) | 24 |
| 2.5 | FIBRA DE CARANÃ (MAURITIELLA ARMATA) | 28 |
| 2.6 | BLINDAGEM BALÍSTICA | 29 |
| 2.7 | COMPORTAMENTO DINÂMICO DOS MATERIAIS | 32 |
| 3 | MATERIAIS E MÉTODOS | 34 |
| 3.1 | MATERIAIS UTILIZADOS | 34 |
| 3.1.1 | FIBRA DE CARANÃ | 34 |
| 3.1.2 | RESINA EPÓXI | 34 |
| 3.2 | CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE CARANÃ | 35 |
| 3.2.1 | DIÂMETRO | 35 |
| 3.2.2 | DENSIDADE | 36 |
| 3.2.3 | MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) | 36 |
| 3.2.4 | TEOR DE UMIDADE | 37 |
| 3.2.5 | COMPOSIÇÃO QUÍMICA | 37 |
| 3.2.6 | ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) | 39 |
| 3.2.7 | DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX) | 39 |
| 3.2.8 | ENSAIO DE TRAÇÃO PARA DIFERENTES DIÂMETROS DA FIBRA DE CARANÃ | 40 |
| 3.2.9 | ENSAIO DE ESCORREGAMENTO DE FIBRAS – “PULLOUT” | 41 |
| 3.2.10 | ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) | 42 |
| 3.2.11 | ANÁLISE POR CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC) | 42 |
| 3.3 | CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS DE CARANÃ | 42 |
| 3.3.1 | ENSAIO DE TRAÇÃO | 43 |
| 3.3.2 | ENSAIO DE IMPACTO IZOD | 44 |
| 3.3.3 | ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) | 45 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 3.3.4 | ANÁLISE POR CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC) | 45 |
| 3.3.5 | VELOCIDADE RESIDUAL | 46 |
| 3.4 | MÉTODO ESTATÍSTICO | 47 |
| 3.4.1 | WEIBULL | 47 |
| 3.4.2 | ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA) | 47 |
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÕES | 50 |
| 4.1 | CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DE CARANÃ | 50 |
| 4.1.1 | DIÂMETRO | 51 |
| 4.1.2 | DENSIDADE | 53 |
| 4.1.3 | TEOR DE UMIDADE | 54 |
| 4.1.4 | COMPOSIÇÃO QUÍMICA | 54 |
| 4.1.5 | ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) | 56 |
| 4.1.6 | DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX) | 58 |
| 4.1.7 | ENSAIO DE TRAÇÃO PARA DIFERENTES DIÂMETROS DA FIBRA DE CARANÃ | 60 |
| 4.1.8 | ENSAIO DE ESCORREGAMENTO DAS FIBRAS – PULLOUT | 62 |
| 4.1.9 | ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) | 63 |
| 4.1.10 | ANÁLISE POR CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC) | 64 |
| 4.2 | CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS | 65 |
| 4.2.1 | ENSAIO DE TRAÇÃO | 65 |
| 4.2.2 | ENSAIO DE IMPACTO IZOD | 70 |
| 4.2.3 | ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) | 72 |
| 4.2.4 | ANÁLISE POR CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC) | 75 |
| 4.2.5 | VELOCIDADE RESIDUAL | 76 |
| 5 | CONCLUSÕES | 80 |
| 6 | SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 81 |
| | REFERÊNCIAS | 82 |

1 INTRODUÇÃO

Freqüentemente as fibras naturais são classificadas de acordo com a sua origem. Estas podem ser de fontes minerais, animais ou vegetais. As fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) são oriundas dos vegetais (OLIVEIRA et al., 2019). Os três principais componentes das FNLs são hemicelulose (20 – 40% em peso), celulose (40 – 60% em peso) e lignina (10 – 25% em peso) que são conhecidos por apresentarem estruturas complexas (PINHEIRO et al., 2019).

Quando utilizadas como reforços em compósitos poliméricos geram produtos que podem ser usados em vários campos como: automotivo, embalagem, marítimo, construções e equipamentos militares. Seu recurso atrativo é o seu baixo peso, biodegradabilidade, material renovável, atóxico, menor custo e boas propriedades mecânicas (MANIMARAN et al., 2019). No entanto, fatores não atraentes devem ser levados em consideração em relação ao comportamento das FNLs em termos de grande dispersão das propriedades físicas, falta de homogeneidade inerente à estrutura da fibra da planta e hidrofiliçidade (LUZ et al., 2020), (MONTEIRO et al., 2011). De fato, um nível relativamente alto de absorção de umidade pode enfraquecer a adesão da fibra à matriz polimérica hidrofóbica (GÜVEN et al., 2016). A estabilidade térmica é outra questão do processamento de NLF, que é restrito pela baixa temperatura da fibra de degradação da celulose ($\sim 200^\circ$) e envelhecimento (HASSAN et al., 2020).

Muitos pesquisadores já documentaram propriedades de diversas fibras (FILHO et al., 2020b), (LUZ et al., 2018), (NEVES et al., 2020). Densidade, diâmetro, ângulo microfibrilar, estabilidade térmica, rugosidade da superfície, composição química, teor de umidade são algumas de suas particularidades. Por concentrar uma das maiores biodiversidades do planeta, a Floresta Amazônica, o Brasil tem a responsabilidade de elaborar políticas de desenvolvimento sustentável (REIS et al., 2020), por exemplo, a utilização dessas fibras.

Nesse contexto, a busca por novas fibras para aplicação em engenharia está aumentando progressivamente para garantir a preservação ambiental e o aumento de desenvolvimento econômico, principalmente das populações ribeirinhas da região Norte e Nordeste do Brasil (LUZ et al., 2017).

A fibra de Caranã (*Mauritiella Armata*), extraída do caule de uma palmeira sul-americana, surge nesse cenário como um novo recurso a ser estudado para futuras aplicações uma vez que não há indícios na literatura sobre o seu estudo. Até onde se sabe, os poucos artigos científicos disponíveis nesta palmeira estão restritos à caracterização botânica (FUNK et al., 2007), (HENDERSON, 1997). Exceto pelo possível uso de folhas para

coberturas domésticas modestas (SMITH, 2014), ainda não foi encontrada publicação em termos de aplicação de fibra de caranã em compósitos. Considerando essa falta de conhecimento sobre suas propriedades, este trabalho destina-se ao estudo abrangente e sistemático de caracterização que será apresentado pela primeira vez para uma futura aplicação em blindagem balística multicamada.

1.1 Justificativa do trabalho

Em razão das preocupações crescentes com o meio ambiente e o esgotamento de recursos fósseis, há algum tempo a busca por materiais provenientes de fontes renováveis em aplicações de engenharia vem sendo discutida.

Nesse contexto, compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais são uma alternativa viável sobre o tripé da sustentabilidade (equilíbrio no âmbito ambiental, social e econômico) uma vez que podem gerar produtos finais com menor custo, menor densidade, boas propriedades mecânicas e com um apelo ambiental.

Planeja-se dessa forma privilegiar o uso de matéria prima nacional, oportunizando o desenvolvimento de regiões menos favorecidas economicamente. Além disso, dar sequência ao avanço de novas abordagens tecnológicas e caracterizar um material novo colaborando com o progresso estratégico da engenharia militar brasileira bem como de todas as outras possíveis áreas que utilizem FNLs com finalidades convencionais ou estruturais.

1.2 Objetivo geral

O objetivo deste trabalho é analisar compósitos poliméricos de matriz epóxi reforçados com fibras naturais contínuas e alinhadas de caranã. Para isso, fazer um estudo aprofundado da fibra escolhida uma vez que não foram encontrados dados sobre a mesma na literatura. Os compósitos e fibras serão avaliados e caracterizados mecanicamente, termicamente e estruturalmente através de ensaios específicos.

1.3 Objetivos específicos

1. Elaborar um histograma com a distribuição de frequências das dimensões médias da seção transversal das fibras.
2. Calcular a densidade da fibra.
3. Caracterizar quimicamente a fibra para definir teor de lignina, celulose, hemicelulose, extrativos e cinzas.

4. Obter valores característicos das propriedades mecânicas de tração das fibras e de seus compósitos.
5. Calcular o ângulo microfibrilar a partir do resultado de DRX.
6. Avaliar as propriedades térmicas dos compósitos através do ensaio de termogravimetria (TGA) e de calorimetria diferencial de varredura (DSC).
7. Avaliar a tenacidade do entalhe dos compósitos por meio do ensaio de impacto do tipo Izod.
8. Avaliar a velocidade residual do compósito reforçado com 30% de volume de fibras de caranã.

,

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Materiais poliméricos

As macromoléculas são definidas como um conjunto de moléculas que possuem um número superior a uma centena de átomos encadeados. Ou seja, quando falamos desse tipo de molécula pensamos em alto peso molecular e conseqüentemente aumento de viscosidade (TODKAR; PATIL, 2019).

Não muito diferente das macromoléculas temos os polímeros. O próprio nome já diz Poli – muitos e mero – partes, sendo assim, um polímero trata-se de uma macromolécula com diversas partes menores sendo repetidas ao longo da cadeia principal (MASOUD et al., 2020).

Através de séculos os polímeros podem ser encontrados naturalmente por meio de plantas, derivados de animais (lã; algodão; proteínas; enzimas) ou ainda existem os polímeros sintéticos (polietileno, PE ; politereftalato de etileno, PET). Os polímeros sintéticos possuem, muitas das vezes, propriedades superiores aos polímeros naturais e podem ser produzidos por um baixo custo (RAJAK et al., 2019).

Quanto a sua classificação, há diversas metodologias que podem ser utilizadas para tal finalidade. Alguns exemplos (CALLISTER; RETHWISCH, 2016):

⇒ Quanto ao número de monômeros

Essa classificação é subdividida em duas, o homopolímero onde há apenas um monômero na cadeia e o copolímero onde ocorre mais de um.

⇒ Quanto a sua isomeria geométrica

Na configuração geométrica do tipo cis grupos funcionais estão direcionados para o mesmo lado da cadeia enquanto que na configuração trans estão em lados opostos.

⇒ Quanto ao comportamento mecânico do polímero

Divididos em Elastômeros que aceitam grandes deformações; Termoplásticos em que algum estágio do processamento tornam-se fluidos e moldáveis por ação de pressão e/ou calor; Fibras que são orientadas longitudinalmente e Termofixos, como a resina epóxi, que apresentam ligações cruzadas covalentes entre as cadeias impedindo o amolecimento do material com o aquecimento.

2.2 Materiais compósitos

Em meados dos anos 20, surgiu o termo “material compósito”, uma classe promissora de materiais de engenharia. Compósito quer dizer “formado por duas ou mais partes distintas”. Sendo assim, qualquer material que conectado a outro com características físico-químicas distintas pode ser considerado um material compósito (CLYNE; HULL, 2019).

A finalidade dessa junção é obter um produto final com propriedades superiores a do material isolado. Deste modo, um material compósito possui uma proporção significativa de propriedades de ambas as fases constituintes para alcançar a melhor combinação de propriedades (CALLISTER; RETHWISCH, 2016).

Na prática um compósito possui duas fases: matriz (fase contínua) e reforço (fase dispersa), ambas separadas por uma interface, mas com uma boa adesão. O papel da matriz é proteger o reforço de meios externos como, por exemplo, meios ácidos, corrosivos, etc. Além disso, é responsável por manter o reforço em seu devido lugar e transferir a tensão para o mesmo. O reforço tem o papel de conferir rigidez e resistência e comumente são utilizados reforços fibrosos (SANJAY et al., 2018).

A força de ligação entre a matriz e a fibra utilizada vai impactar diretamente no desempenho do compósito. Quando há uma baixa força de ligação poderão ocorrer falhas em tensões consideradas baixas, quando os corpos de prova forem ensaiados transversalmente as fibras ou até mesmo longitudinalmente (“pull-out”). Além da baixa adesão outro fator que irá impactar diretamente nas propriedades mecânicas está relacionado à geometria da fase dispersa (HASSAN et al., 2020).

Devido à facilidade de processamento os compósitos mais comuns são os que possuem polímero como matriz. Como vimos no capítulo anterior os polímeros de engenharia podem ser divididos em termoplásticos (polímeros lineares sem ligações cruzadas), termofixos (com um alto índice de ligações cruzadas) e elastômeros (polímeros quase lineares com ocasionais ligações cruzadas) onde cada uma dessas classificações vão conferir propriedades distintas ao material final. Seguindo a regra das misturas temos que cada fase do compósito contribui para a propriedade final do mesmo (CANEVAROLO; SEBASTIÃO, 2002), como observa-se na Equação 2.1.

$$P = P_a V_a + P_b V_b \quad (2.1)$$

Em que P é definido como uma propriedade de compósitos, podendo ser densidade, módulo de elasticidade, módulo de cisalhamento ou coeficiente de Poisson. Nesse caso P é a propriedade de densidade do compósito, P_a a propriedade do componente A, P_b a propriedade do componente B e V_a e V_b são as frações volumétricas dos componentes A e B. A divisão dos compósitos pode ser feita em quatro grandes grupos: nano, estrutural, reforçados com partículas e reforçados com fibras. Na Figura 2.1 observa-se um esquema

de subdivisão desses materiais.

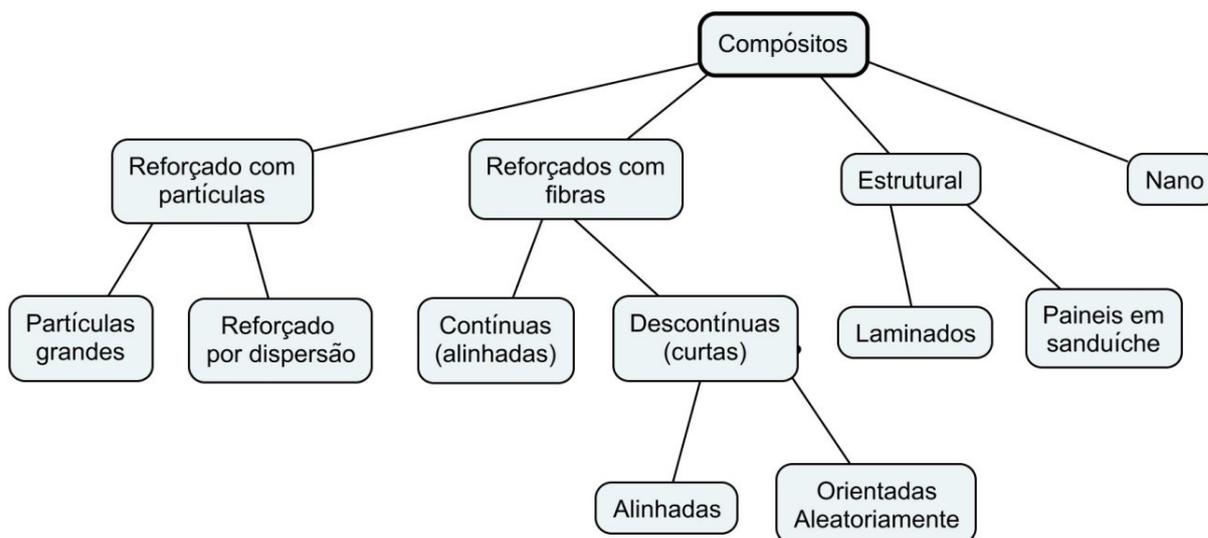


Figura 2.1 – Classificação dos materiais compósitos.

Fonte – (CALLISTER; RETHWISCH, 2016) (Adaptado).

De todas as divisões citadas, os compósitos reforçados com fibras se destacam, uma vez que é possível produzir materiais com alta resistência específica e um alto módulo de elasticidade. Por conseguinte, possuem diversas aplicações tecnológicas devido ao aumento da força da matriz e das propriedades finais do compósito (MONTEIRO et al., 2011).

2.3 Resina epóxi e suas aplicações

De acordo com OZGUL; OZKUL (2018), em resinas epoxídicas a cura pode ocorrer de duas formas distintas. Essas formas são: curas com aceleradores e curas com endurecedores. Usados juntos da resina, os endurecedores, que são compostos polifuncionais, podem ser aplicados de forma estequiométrica ou não. Em contrapartida os aceleradores são adicionados em quantidades bem inferiores à razão estequiométrica e a sua função é promover a autopolimerização da resina.

Na estrutura molecular da resina epóxi podemos encontrar anéis oxirânicos, aromáticos e hidróxidos alifáticos que ajudam a aumentar a polaridade da molécula. A presença dos grupos éter criam ligações polares entre a superfície que vai ser aderida a resina (CHINNASAMY et al., 2020).

O polímero em questão é considerado um termorígido, ou seja, possui reticulações e é infusível. Essas reticulações são formadas a partir da reação do grupo glicídila e de um agente reticulante adequado. O composto mais utilizado para se obter a resina epoxídica é 1-Cloro-2,3-Epóxi-Propano, comumente chamado de Epicloridrina (NASCIMENTO et al., 2019). A Epicloridrina reage com o Bisfenol A para produzir o Diglicidil Éter de Bisfenol

A (DGEBA). A Figura 2.2 elucida a reação de produção dessa resina epóxi, considerada a mais comum.

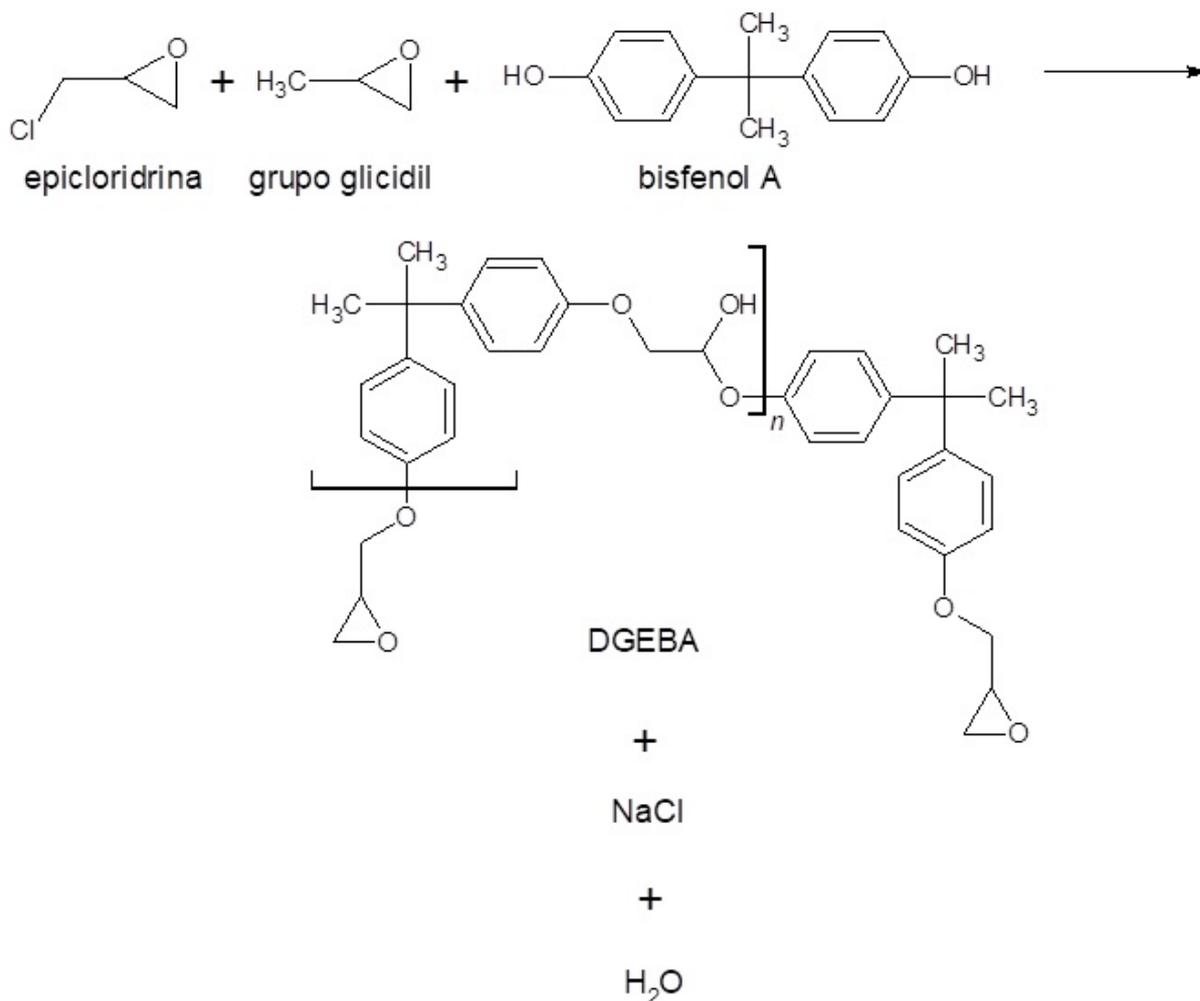


Figura 2.2 – Reação de produção da resina epóxi.

Fonte – (RODRIGUES, 1991)

O mercado global das resinas epoxídicas representa cerca de 1,2 milhões de toneladas por ano. Ainda segundo QUINAYÁ; D'ALMEIDA (2017), desde 2002 esse consumo cresce cerca de 5% ao ano confirmando ainda mais as suas diversas formas de aplicações. Tendo em vista todas essas aplicações, aos poucos são pesquisadas diferentes formulações com modificações das combinações de resina, acelerador e endurecedor para garantir as melhores propriedades possíveis.

Dentre as suas principais propriedades podemos destacar: baixo custo, resistência à corrosão, exibe boas propriedades elétricas, excelente combinação de propriedades mecânicas e uma boa adesão (COSTA et al., 2019). Em relação a aplicações, importância no âmbito comercial e científico algumas das propriedades esperadas são (FERDOSIAN et al., 2016), (HSISSOU; BEKHTA; ELHARFI, 2018):

- ⇒ Baixa viscosidade em temperatura ambiente;
- ⇒ Facilidade de processamento;
- ⇒ Facilidade de manuseio;
- ⇒ Disponível nas formas de pó, sólido e líquido;
- ⇒ Elevado módulo de elasticidade;

Outras propriedades importantes dessa resina como módulo de elasticidade (E), limite de resistência à tração (LRT), alongamento percentual ($AL\%$), densidade (ρ) e tenacidade ao impacto (K_{ic}), Tabela 2.1, são apresentadas por CALLISTER; RETHWISCH (2016).

Tabela 2.1 – Principais propriedades da resina epoxídica.

| E (GPa) | LRT (MPa) | AL (%) | ρ ($\frac{g}{cm^3}$) | Tenacidade ao impacto ($Mpa.m^{\frac{1}{2}}$) |
|-----------|-------------|----------|-----------------------------|---|
| 2,41 | 27,6 a 90 | 3 a 6 | 1,10 a 1,40 | 0,6 |

Fonte – (CALLISTER; RETHWISCH, 2016)

Vale ressaltar que de acordo com a porcentagem do agente de cura (endurecedor) empregado, pode-se ter diferentes propriedades mecânicas, físicas e químicas sendo assim a aplicação final deve ser levada em consideração na hora da fabricação da resina (SABA et al., 2016).

2.4 Fibras naturais lignocelulósicas (FNLs)

O Brasil tem papel fundamental no desenvolvimento de políticas de desenvolvimento sustentável, por concentrar em seu território uma das maiores biodiversidades do planeta: A Floresta Amazônica (REIS et al., 2019).

Nesse contexto, a utilização de fibras naturais está aumentando progressivamente para garantir a preservação ambiental. Um dos motivos de fibras naturais vegetais serem de tal relevância se dá ao fato de serem renováveis e por possuírem uma variedade de plantas disponíveis na biodiversidade (GÜVEN et al., 2016). Alguns dos diferenciais no uso das FNLs segundo a literatura (REIS et al., 2020), (MONTEIRO et al., 2017):

- ⇒ São renováveis e ilimitadas;
- ⇒ Como existe uma enorme variedade de plantas disponíveis na biodiversidade (aproximadamente 65 mil espécie de plantas na Amazônia), há um enorme potencial em descobrir novas fibras naturais com diferentes propriedades e aplicações;
- ⇒ São menos abrasivas gerando menor desgaste dos equipamentos envolvidos no processamento;

- ⇒ Biodegradáveis;
- ⇒ Fonte de renda para população rural;
- ⇒ Baixa densidade e alta deformabilidade;
- ⇒ Baixo custo;

As fibras, essencialmente, são formadas de fibrilas de celulose semicristalina incorporada em uma matriz de hemicelulose e lignina. Há a formação de uma ligação de hidrogênio entre a matriz e as fibrilas que geram uma rede tridimensional. Em sua composição existem duas paredes: parede primária e parede secundária. Sendo a parede secundária fracionada em 3 camadas (YANG; CHING; CHUAH, 2019).

A celulose possui a maior fração da composição química das fibras. É um polissacárido semicristalino com ligações D-glucosídicas e grandes quantidades de hidroxilas que fornecem propriedades hidrofílicas as FNLs. Fortemente ligada às fibrilas de celulose temos a hemicelulose. São polímeros ramificados, amorfos e de estrutura aberta contendo grupos hidroxil e acetil fazendo a hemicelulose ser parcialmente solúvel em água e higroscópica. As ligninas são polímeros complexos, aromáticos, amorfos e com unidades de fenilpropano, sendo assim possuem a menor absorção de água das frações das FNLs (SENTHILKUMAR et al., 2018).

Apresenta também um ângulo helicoidal entre o eixo da fibra e as microfibrilas. Tal ângulo denomina-se ângulo microfibrilar e se modifica de acordo com a fibra (MARTÍNEZ-SANZ et al., 2017). Como esse ângulo é particular de cada fibra, automaticamente, as propriedades mecânicas também são. Na Figura 2.3 podemos observar a microestrutura das FNLs.

Das muitas técnicas que foram aplicadas para medição do ângulo microfibrilar (AMF), métodos envolvendo difração de raios X são provavelmente os mais confiáveis (WANG et al., 2017). A Tabela 2.2 mostra alguns dos resultados já obtidos pela literatura pra diferentes fibras naturais. Como já dito, esses valores mostraram a não periodicidade dos arranjos de microfibrilas em relação as FNLS.

Tabela 2.2 – Ângulo microfibrilar de algumas fibras naturais.

| FNLs | AMF | Referências |
|---------|------|--|
| Guarumã | 7,8 | (REIS et al., 2019) |
| Curauá | 18,8 | (SOLTAN et al., 2017) |
| Juta | 8,0 | (SATYANARAYANA; GUIMARÃES; WYPYCH, 2007) |
| Ramie | 6,2 | (MONTEIRO et al., 2011) |
| Hemp | 7,5 | (MANAIA; MANAIA; RODRIGES, 2019) |
| Sisal | 20,0 | (MONTEIRO et al., 2011) |
| Palf | 14,0 | (LUZ et al., 2018) |
| Coco | 20,0 | (REDDY, 2019) |

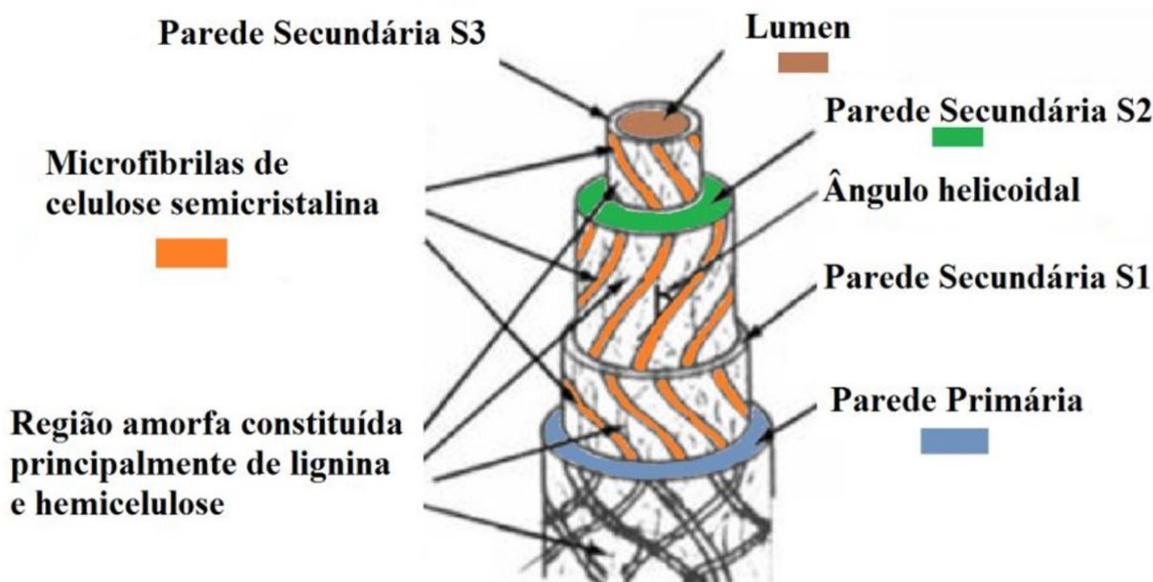


Figura 2.3 – Microestrutura de uma fibra natural lignocelulósica.

Fonte – (KALIA; KAITH; KAUR, 2011)

Devida a essa estrutura multicomponente as FNLs possuem um comportamento mecânico complexo (IMOISILI; UKOBA; JEN, 2020). Assim, REIS et al. (2019) evidenciou que uma diminuição do AMF estava associada a um aumento da resistência à tração nas fibras de Guarumã. Alguns trabalhos recentes corroboram esta hipótese, apontando que quanto menor o ângulo microfibrilar, melhores as propriedades mecânicas da fibra (LAU et al., 2018), (RAMESH, 2016).

A baixa densidade relativa das FNLs é uma grande vantagem para materiais de engenharia. Normalmente são utilizadas como reforço em compósitos, exemplos de aplicação são em peças mais leves de automóveis ou coletes de proteção balística individual. A Tabela 2.3 exhibe propriedades como densidade (ρ), resistência à tração (σ) e módulo de elasticidade (E) de algumas FNLs (MONTEIRO et al., 2011).

Tabela 2.3 – Densidade e propriedades mecânicas de algumas fibras.

| FNLs | ρ ($\frac{g}{cm^3}$) | σ (MPa) | E (GPa) |
|---------|-----------------------------|----------------|-----------|
| Guarumã | 0,5-0,64 | 614 | 21 |
| Curauá | 0,57-0,92 | 117-3000 | 27-80 |
| Juta | 1,30-1,45 | 597 | 20 |
| Ramie | 1,5 | 400-1620 | 61-128 |
| Hemp | 1,4 | 550-1110 | 30-70 |
| Sisal | 1,26-1,50 | 287-913 | 9-28 |
| Palf | 1,44 | 180 | 59 |
| Coco | 1,15-1,52 | 95-220 | 4-6 |

Fonte – (MONTEIRO et al., 2011)(REIS et al., 2019)

Como pode se observar a partir da Tabela 2.3 as propriedades das FNLs não são uniformes isso ocorre pois possuem uma limitação dimensional e são consideradas microestruturalmente heterogêneas. Conforme a origem, idade, pré-condicionamento e qualidade da planta, uma mesma espécie de fibra pode ter suas propriedades alteradas significativamente (SOOD; DWIVEDI, 2018).

Ainda de acordo com MONTEIRO et al. (2011), é possível dizer que à medida que a planta amadurece sua cristalinidade tende a diminuir. Outro ponto importante a ressaltar é que propriedades mecânicas superiores são obtidas para as fibras que possuem menor ângulo microfibrilar e maior teor de celulose. Comparativamente, para fibras mais finas com seções retas mais estreitas tem-se uma menor densidade de defeitos, tanto no volume quanto na superfície.

Muitos dos problemas descritos na utilização das fibras naturais se devem aos grupamentos hidrofílicos presentes em sua estrutura química. Tais características propiciam as fibras propriedades polares ao passo que os polímeros utilizados como matrizes são apolares (SRINIVAS; NAIDU; BAHUBALENDRUNI, 2017). Sendo assim, pode-se afirmar que misturas entre esses materiais apresentam uma interação interfacial baixa e consequentemente, um compósito com propriedades inferiores ao polímero puro.

A interface fibra/matriz é parte de extrema importância porque é nela que ocorre toda a transferência da solicitação mecânica da matriz para o reforço. Daí a importância de uma boa adesão para diminuir possíveis falhas e não comprometer o desempenho do compósito. Para isso, procedimentos químicos e físicos são empregados para modificar as fibras naturais lignocelulósicas e potencializar essa interface (GHOLAMPOUR; OZBAKKALOGLU, 2020).

O processo mais comum para melhorar a adesão entre a fibra e a matriz é o físico. É relatado em vários trabalhos (LUZ et al., 2018), (FILHO et al., 2020c) o uso de estufas para retirada de umidade da FNL que consequentemente torna melhor a adesão da mesma na matriz hidrofóbica. Esse é um dos motivos de se estudar os eventos térmicos da fibra e

quais alterações a temperatura irá provocar nela, permitindo por exemplo estabelecer a faixa de temperatura de perda de umidade.

2.5 Fibra de caranã (Mauritiella Armata)

Entre as várias fibras naturais disponíveis no Brasil, maior atenção está sendo dada às fibras ainda não pesquisadas, particularmente nos últimos tempos. Com o intuito de investigar novos materiais ecologicamente corretos surge o interesse em caracterizar a fibra de caranã.

Mauritiella Armata, Figura 2.4, possui caule geralmente não ramificado, que apresenta em seu ápice um tufo de folhas costapalmadas com segmentos lineares. É comum ser encontrada em áreas de baixas elevações, podendo, no entanto, ocorrer esporadicamente em elevações de 1400m (LEITMAN et al., 2018).

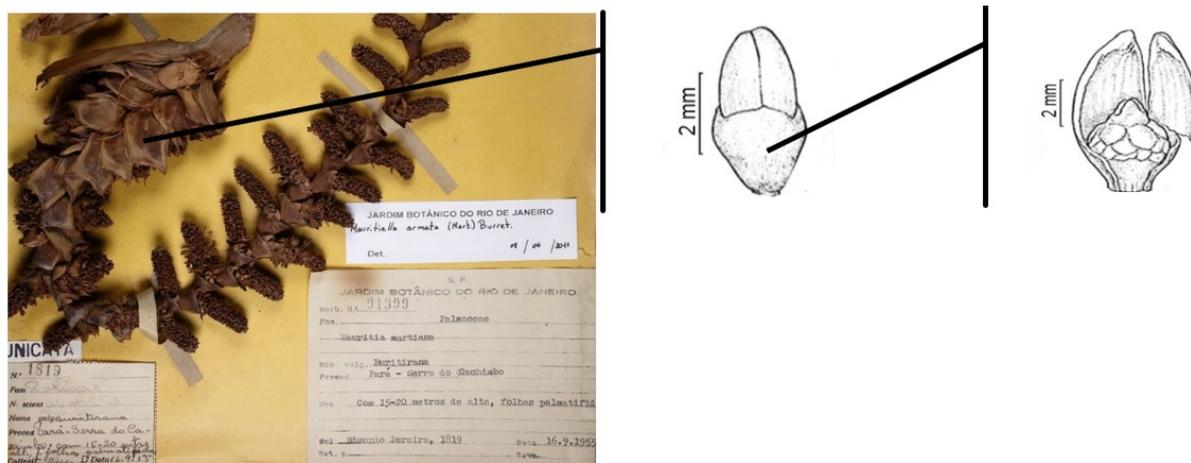


Figura 2.4 – Mauritiella Armata - Encontrada no acervo do Jardim Botânico do Rio de Janeiro.

Fonte – (LEITMAN et al., 2018)

No Brasil pode ser encontrada nas regiões Norte (Acre, Amazonas, Pará, Rondônia, Roraima, Tocantins), Nordeste (Bahia, Pernambuco, Piauí), Centro-Oeste (Goiás, Mato Grosso) e Sudeste (Minas Gerais). Ocorre principalmente em florestas, ou outros tipos de cobertura vegetal nativa, que ficam às margens de rios, igarapés, lagos, olhos d'água e represas. Além do Brasil é possível encontrá-la em outros países como Bolívia, Colômbia, Guiana, Guiana Francesa, Peru, Suriname e Venezuela (HIURA; ROCHA, 2018), (CAMPOS, 2008).

Pertencente a família arecaceae, que caracteriza-se por uma espécie de palmeira. Forma aglomerados em savanas inundadas sazonalmente, Figura 2.5 (a) , especialmente em solos arenosos, como nas proximidades de Mosqueiro e na bacia hidrográfica da ilha de

Marajó, ambas no estuário do Amazonas. A matéria orgânica das folhas caídas tende a se acumular na base das palmeiras, proporcionando assim uma plataforma mais seca para outras plantas menos tolerantes à inundação (SMITH, 2014).

Os espinhos rígidos que podem aparecer no estirpe do caranãzeiro medem de 2 (dois) a 3 (três) cm, são bem agressivos e como observado na Figura 2.5 (b), ficam numa posição vertical. As folhas do caranãzeiro são muito utilizadas como cobertura de casas e em artesanatos. Além disso, o fruto, Figura 2.5 (c), pode ser transformado em doce, suco ou após a sua fermentação em vinho (LORENZI, 2010).

Os coletores de frutas geralmente cortam a caranã com um machado ou até um facão, porque os troncos são muito finos. As frutas que escapam e caem no chão, quando maduras, podem ser apanhadas e consumidas como lanche. Mas a maioria dos frutos que entram nos mercados vem de árvores derrubadas (FUNK et al., 2007).



Figura 2.5 – Caranãzeiro (a) Um grupo de *Mauritiella Armata* ao longo do rio Tiquié, Amazonas - BR (b) tronco com espinhos (c) frutos encontrados no mercado Bélen, Iquitos - PE.

Fonte – (SMITH, 2014), (HIURA; ROCHA, 2018)

2.6 Blindagem balística

A ameaça de armas de fogo sempre foi motivo de preocupação pessoal, especialmente para soldados em conflitos armados, bem como policiais e civis envolvidos com a segurança pública (PEREIRA et al., 2019b). Por esse motivo, atualmente a proteção balística pessoal, veicular e de equipamentos é de crescente importância em razão das guerras regionais envolvendo alto poder de fogo (PEREIRA et al., 2019a).

A definição para blindagem balística, conforme a norma brasileira ABNT-NBR 15000 de 2005, é “anteparo de proteção projetado para oferecer resistência à penetração de projéteis provenientes de armas de fogo”.

Atualmente, o Exército Brasileiro e Forças Auxiliares seguem as diretrizes fornecidas pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT NBR 15000:2005) e do Instituto Nacional de Justiça dos Estados Unidos (NIJ 0101.06:2008), para avaliar o desempenho da proteção balística.

Essas normas fornecem uma classificação das blindagens em diferentes níveis de acordo com o calibre utilizado. Na Tabela 2.4 podemos verificar as diferentes categorizações de acordo com a munição, massa do projétil, velocidade do projétil e número de impactos.

Tabela 2.4 – Nível de proteção do sistema de blindagem quanto ao impacto balístico.

| Nível | Munição | Massa do Projétil (g) | $V_0 \frac{m}{s}$ | N° de impactos |
|-------|-----------|-----------------------|-------------------|-----------------------|
| I | .22 | $2,6 \pm 0,1$ | 320 ± 10 | 5 |
| | .38 | $10,2 \pm 0,1$ | 254 ± 15 | 5 |
| II-A | 9mm | $8,0 \pm 0,1$ | 332 ± 12 | 5 |
| | .357 Mag | $10,2 \pm 0,1$ | 381 ± 12 | 5 |
| II | 9mm | $8,0 \pm 0,1$ | 358 ± 15 | 5 |
| | .357 Mag | $10,2 \pm 0,1$ | 425 ± 15 | 5 |
| III-A | 9mm | $8,0 \pm 0,1$ | 426 ± 15 | 5 |
| | .44 Mag | $15,6 \pm 0,1$ | 426 ± 15 | 5 |
| III | 7.62 x 51 | $9,8 \pm 0,1$ | 838 ± 15 | 5 |
| IV | .30-6 | $10,8 \pm 0,1$ | 868 ± 15 | 1 |

Fonte – (ABNT-NBR, 2005)

Em conformidade com a norma NIJ 0101.06:2008 o nível máximo de deformação permitido no sistema de blindagem é de 44mm uma vez que valores maiores do que esse podem gerar um trauma grave ou fatal no usuário. Para validação do sistema faz-se necessário testes com um material padrão (plastilina), que é colocado atrás do molde de ensaio simulando o corpo humano. A configuração de um ensaio balístico seguindo o padrão pode ser observada na Figura 2.6.

Onde velocidade de impacto do projétil é V_i , velocidade residual V_r , massa do projétil m e a energia absorvida E_{abs} .

2.7 Comportamento dinâmico dos materiais

O comportamento dinâmico dos materiais é uma área que une diversas disciplinas científicas. Pode haver uma diferença significativa no processo que ocorre quando um material em condições estáticas ou quase estáticas é submetido a uma carga (MEYERS, 1994).

Esses eventos requerem um estudo especial, sendo assim, a inércia e cinética interna dos materiais se tornam um fator importante. Em todas as aplicações civis e militares, a Equação 2.4 descreve a energia cinética (E_c) como metade da massa (m) multiplicada pela velocidade do corpo (v^2):

$$E_c = \frac{1}{2}mv^2 \quad (2.4)$$

Outro conceito considerado importante é a diferença entre as deformações estáticas (ou quase estáticas) e dinâmicas. O que distingue uma da outra é a taxa de aplicação de uma força externa sobre o material (COSTA et al., 2019). Em situações com deformações quase estáticas o que ocorre é um equilíbrio. Isso significa que qualquer elemento no corpo tem um somatório de forças agindo próximo ou igual à zero. Para um comportamento considerado dinâmico quando a deformação é transmitida de fora com uma alta taxa, uma parte do corpo é estressada (deformada ou tensionada) enquanto a outra parte ainda não experimentou essa força. Assim sendo, as deformações são transmitidas átomo a átomo a uma velocidade específica que pode ser prevista com uma aproximação relativamente boa (MEYERS, 1994), (BRAGA et al., 2018).

De acordo com MEYERS (1994), altas taxas de deformação são resultantes após o impacto de um projétil em um material. A resposta dinâmica gerada pode ser considerada o comportamento balístico. Da mesma maneira, em conformidade com o comportamento do material e a solicitação externa, podem ser geradas ondas elásticas, plásticas e/ou de choque.

Para ondas elásticas sua velocidade (V_E) depende do módulo de elasticidade do material (E) e de sua massa específica (ρ). É importante destacar que as tensões que irão se propagar estão abaixo da tensão de escoamento do material. A Equação 2.5 mostra a relação dos parâmetros:

$$V_E = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.5)$$

A velocidade das ondas elásticas variam de 340m/s para o ar até valores bastante altos como podemos observar na Tabela 2.5.

Tabela 2.5 – Velocidade de ondas elásticas.

| Materiais | $V_E \frac{m}{s}$ | $V_{cisalhamento} \frac{m}{s}$ |
|-----------|-------------------|--------------------------------|
| Ar | 340 | - |
| Alumínio | 6100 | 3100 |
| Ferro | 5800 | 3100 |
| Chumbo | 2200 | 700 |
| Magnésio | 6400 | 3100 |

Fonte – (MEYERS, 1994)

Quando as ondas transmitidas ultrapassam o limite de escoamento do material o mesmo se deforma plasticamente. Neste caso, verifica-se a decomposição da onda de tensão em uma componente elástica com maior velocidade e outra plástica (MEYERS, 1994). Para onda plástica a velocidade pode ser definida pela Equação 2.6:

$$V_p = \sqrt{\frac{d\sigma}{d\varepsilon} \frac{1}{\rho}} \quad (2.6)$$

Sendo V_p a velocidade da onda plástica, $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ inclinação da curva tensão (σ) versus deformação (ε) e (ρ) a massa específica do material.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A fim de se obter materiais de alto desempenho, foram escolhidos ensaios mecânicos, térmicos e estruturais como os mais viáveis para o presente trabalho.

3.1 Materiais Utilizados

3.1.1 Fibra de caranã

Todas as fibras de caranã utilizadas neste trabalho foram doadas pela Universidade Federal do Pará (UFPA). Após a extração manual com uma navalha afiada, os pecíolos, Figura 3.1 (a), foram limpos e desfibrilados, Figura 3.1 (b). As fibras isoladas foram cortadas em um comprimento de 150mm e secas em estufa à 70°C por 24h ou até que o seu peso permanecesse estável.

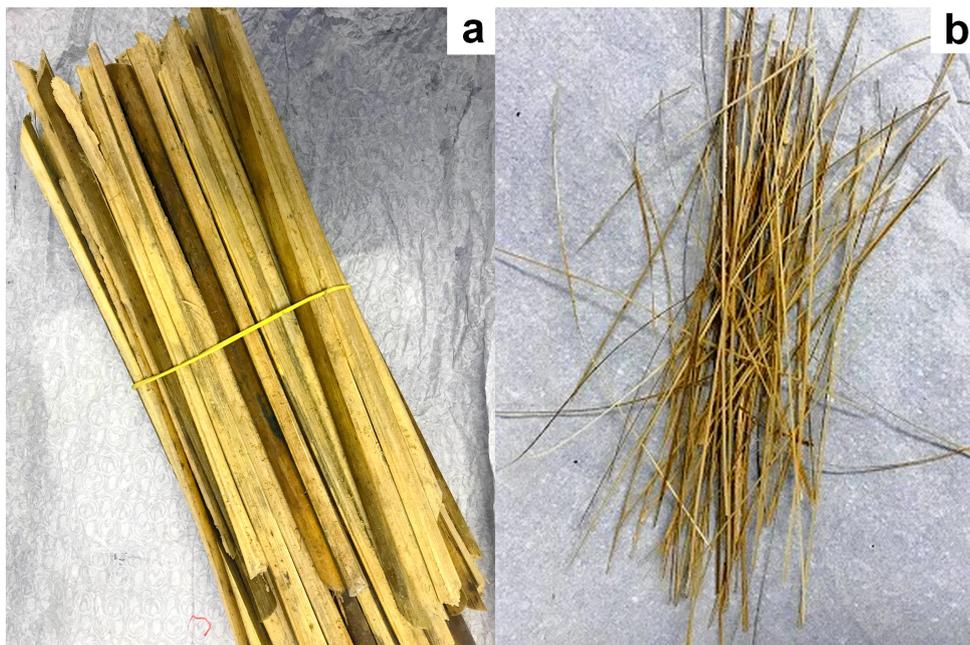


Figura 3.1 – Processo de desfibrilação das fibras de caranã (a) pecíolos da fibra (b) fibras de caraná isoladas.

3.1.2 Resina epóxi

O material usado para fabricar a matriz compósita foi um polímero termorrígido. O polímero em questão tratava-se de uma resina epóxi (DGEBA), Figura 3.2 (b), comercializada pela empresa Dow Chemical do Brasil e distribuída pela Epoxyfiber. O endurecedor aplicado à resina foi o Trietileno Tetramina (TETA) com uma proporção estequiométrica de 100 partes de Epóxi para 13 partes de TETA.

A Figura 3.2 (a) mostra o desmoldante utilizado para facilitar a retirada das placas do molde, na Figura 3.2 (b) o molde metálico para confecção dos compósitos.

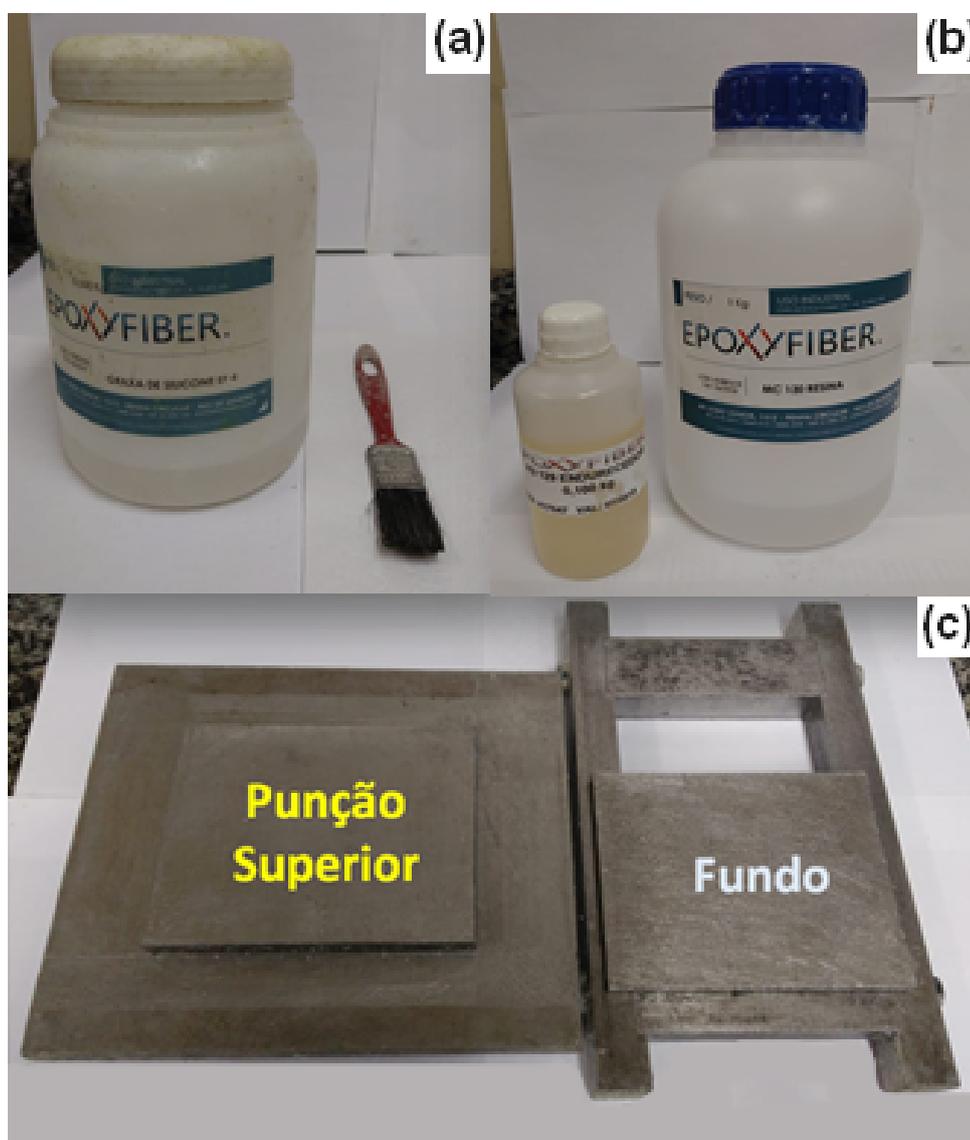


Figura 3.2 – Materiais utilizados para confecção da placa compósita (a) desmoldante (b) resina epóxi e endurecedor (c) molde metálico

3.2 Caracterização das fibras de caranã

3.2.1 Diâmetro

Este trabalho empregou o método baseado na projeção de luz para medir o diâmetro das fibras. O equipamento utilizado foi um microscópio óptico, modelo BX53M da marca OLYMPUS, com amplitude de 5x em modo de campo escuro. Os diâmetros das amostras pesquisadas foram obtidos em micrômetros (μm).

O grupo amostral foi de um total de 100 (cem) fibras onde cada uma delas foi medida, ao longo do seu comprimento, 15 (quinze) vezes a 0° e 90°. A partir desses valores foram realizadas médias das dimensões e com os resultados foi calculada a média do diâmetro de cada fibra. Dessa forma foi possível separar as fibras em 10 (dez) classes de acordo com a distribuição de frequência e plotar um histograma.

3.2.2 Densidade

A densidade foi avaliada preliminarmente medindo-se as dimensões e o comprimento da seção transversal da fibra como proposto no capítulo Diâmetro. Considerou-se uma seção transversal de fibra em forma cilíndrica com volume aproximado calculado a partir da Equação 3.1.

$$v_m = \frac{\pi * d^2}{4} * l \quad (3.1)$$

Em que d é o diâmetro médio obtido pelas medições do microscópio e l o comprimento da fibra. A partir disso, a densidade das fibras foi obtida de acordo com a Equação 3.2

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (3.2)$$

Em que ρ é a densidade da fibra, m a massa da fibra e v o volume da fibra. Para confirmar o valor obtido foi produzida uma placa compósita de 10% em volume de fibras e 90% em volume de resina empregando a regra das misturas, Equação 3.3, para comprovar sua massa específica.

$$\rho_f = \frac{\rho_m - V_m \rho_m}{V_f} \quad (3.3)$$

Em que ρ_f é a densidade da fibra, ρ_m a densidade da matriz, V_m o volume da matriz e V_f o volume da fibra.

3.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As fibras de Caranã foram analisadas morfológicamente por MEV com o objetivo de verificar detalhes como a superfície, seção transversal, lúmen e microfibrilas.

As amostras foram fixadas em um “stub” com o auxílio de uma fita de carbono, e posteriormente metalizadas com ouro, no laboratório multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ).

O equipamento usado para a metalização foi um Denton vacuum Desk V. Para visualização das imagens foi utilizado um MEV modelo Quanta FEG 250, da FEI localizado no IME. A distância de trabalho utilizada foi de 10mm, potência de 15kV e um spot de 4,5.

3.2.4 Teor de umidade

O teor de umidade foi determinado de acordo com a norma internacional ASTM-D1348. O método baseia-se na perda de umidade a partir de uma estufa na temperatura de 105 °C. Foram preparadas 4 (quatro) amostras aleatórias de fibras que foram pesadas em balança analítica, modelo FA2104N da marca Bioprecisa, e levadas à estufa por 2h. Após esse tempo as amostras foram pesadas novamente e as etapas foram repetidas em períodos de 30min até que a perda de massa em ponderações sucessivas fosse menor do que 0,005g.

Para cálculo do teor de umidade foi utilizada a Equação 3.4

$$MCBD = \frac{OS - OBD}{OBD} * 100 \quad (3.4)$$

Em que OS é a massa original (úmida) e OBD é a amostra seca.

3.2.5 Composição química

Tendo em vista a escassa informação sobre a Mauritiella Armata na literatura realizou-se uma caracterização química para verificar o teor de celulose, hemicelulose, lignina, cinzas e extrativos da fibra. Inicialmente as amostras foram moídas em duplicata em um moinho de facas, com o auxílio de luvas para que não houvesse contaminação da amostra. A partir daí as seguintes etapas foram realizadas para obtenção dos resultados de caracterização química:

- Determinação do teor de cinzas

Pesou-se 2,0g do material vegetal seco. Esse material foi adicionado a cadinhos previamente calcinados a 600 °C por 30min, e resfriado em dessecador. O conjunto foi levado a um forno mufla e utilizou-se uma rampa de aquecimento de 9,6 °C/min até atingir 600 °C.

A temperatura de 600 °C foi mantida por 3h, e, ao final desse tempo, reduzida para 200 °C em no mínimo 1h. O cálculo de determinação do teor de cinzas totais (TC%) foi feito a partir da Equação 3.5.

$$TC\% = \frac{MRAC - MR}{MA} * 100 \quad (3.5)$$

Em que MRAC é a massa do recipiente + massa da amostra, MR a massa do recipiente e MA a massa da amostra.

- Determinação do teor de extrativos

Uma amostra de 4,0g foi colocada em um cartucho e colocada na aparelhagem para extração por Soxhlet. Em um erlenmeyer de 500mL adicionou-se 100mL de uma

mistura de tolueno: etanol 1 : 1 v/v. Refluxou-se por 5h. O extrato foi transferido para uma placa de Petri pesada previamente e seca. A placa foi levada a estufa a 105 °C por 1h e pesada. O processo foi repetido até obter uma massa constante. Utilizou-se essas fibras para a etapa de teor de lignina. O cálculo de determinação do teor de extrativos (TE%) é feito a partir da Equação 3.6

$$TE\% = \frac{MRE - MRRS}{MA} * 100 \quad (3.6)$$

Em que MRE é a massa placa + extrativos e MRRS a massa placa + resíduo do solvente.

- Determinação do teor de lignina insolúvel

Seguindo a norma ASTM-D1106, utilizou-se 1,0g de amostra moída sem umidade nem extrativos. Esse material foi deixado, por 24h, em 17mL de ácido sulfúrico 72% m/m num béquer de 300mL. Após o período de digestão, adicionou-se 306mL de água destilada com o intuito de diluir o ácido a 4% para que ele fosse levado a refluxo por 4h.

A filtração foi realizada com o auxílio de um funil e uma bomba á vácuo. O cálculo de determinação do teor de lignina insolúvel (TLI%) é feito a partir da Equação 3.7.

$$TLI\% = \frac{MFL - MF}{MA} * 100 - TC\% \quad (3.7)$$

Em que MFL é a massa funil + massa lignina e MF a massa funil limpo e seco.

- Determinação do teor de lignina solúvel

Utilizando a norma ASTM D1106, foi utilizado um espectrômetro de UV-Vis com uma amostra diluída com ácido sulfúrico 4%. O cálculo de determinação do teor de lignina solúvel (TLS%) é feito a partir das Equações 3.8 e 3.9

$$CLS = \frac{4,53 * A_{2015} - A_{280}}{300} \quad (3.8)$$

Em que CLS é a concentração de lignina solúvel gL-1, A_{215} a absorbância A_{215} nm e A_{280} a absorbância A_{280} nm.

$$TLS\% = \frac{MLS}{MA} * 100 \quad (3.9)$$

Em que MLS é a massa de lignina solúvel.

- Determinação do teor de holocelulose

O termo holocelulose é geralmente usado para designar os carboidratos totais presentes em uma célula vegetal (AGUSTIN-SALAZAR et al., 2018). Conhecendo-se os valores de holocelulose e de alfacelulose de um material, pode-se, por meio do cálculo da diferença, determinar o teor de hemicelulose.

Em um Erlenmeyer de 500mL, adicionou-se 3,0g da fibra, sem umidade nem extrativos. A seguir, adicionou-se 120mL de água destilada. Durante o banho maria acrescentou-se 2,5g de $NaClO_2$ (Clorito de sódio) e 1mL de CH_3COOH (Ácido acético). A cada 1h repetiu-se esse procedimento de adição de $NaClO_2$ e CH_3COOH que foi replicado durante 4h. A filtração foi realizada com o auxílio de um funil e uma bomba a vácuo. O cálculo de determinação do teor de hemicelulose (TH%) é feito a partir da Equação 3.10.

$$TH\% = \frac{MFH - MF}{MA} * 100 \quad (3.10)$$

Em que MFH é a massa funil + massa hemicelulose.

- Determinação do teor de alfacelulose

Pesou-se 1,0g da hemicelulose seca obtida, e a colocou em um almofariz de 100mL. Adicionou-se 15mL de uma solução de NaOH (Hidróxido da sódio) aguardando 2min de contato entre a solução e a celulose. A partir daí, começou-se a triturar o material por 8min. Então, adicionou-se 40mL de água destilada ao almofariz, e transferiu-se o conteúdo, quantitativamente, para o funil.

A filtração foi realizada por meio de bomba á vácuo. O cálculo de determinação do teor de alfacelulose (TA%) foi feito a partir da Equação 3.11.

$$TA\% = \frac{MFA - MF}{MAH} * 100 \quad (3.11)$$

Em que MAH é a massa da amostra de hemicelulose e MFA a massa funil + massa de alfacelulose.

3.2.6 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

O espectro infravermelho fornece informações estruturais de uma molécula. A técnica permite, em conjunto com outros dados espectrais, a identificação de estruturas químicas. Para isso, análises FTIR foram realizadas na fibra de Caranã com o objetivo de verificar as vibrações e alongamentos das ligações efetivas das fibras. A fibra foi moída e convertida a pó para que fosse levada a análise num espectrofotômetro modelo IRPrestige-21: Shimadzu. A varredura foi efetuada numa faixa espectral de 4000 a 400 cm^{-1} com 32 scans.

3.2.7 Difração de raio x (DRX)

Com o objetivo de calcular o índice de cristalinidade da fibra de Caranã foi utilizada a técnica de Difração de Raio X. O método utilizado para o estudo consistiu em empregar a Equação 3.12 para realizar o cálculo do índice de cristalinidade (I_c) (SEGAL et al., 1959)

$$I_c = 1 - \frac{I_1}{I_2} \quad (3.12)$$

Em que I_1 é a intensidade do mínimo de difração (parte amorfa) e I_2 a intensidade do máximo de difração (parte cristalina).

O equipamento utilizado foi o difratômetro PANalytical, modelo X'pert PRO, anodo de cobalto, detetor da marca Pixcel, com velocidade de varredura de $0,05$ ($2\theta/s$), potência $40kW$, varredura de 5° a 75° , pertencente ao Instituto Militar de Engenharia (IME). Foi obtido um Difratoograma das Fibras de Caranã isenta de tratamento. Com o difratograma da fibra de caranã foi possível calcular o ângulo microfibrilar (AMF) através do software Origin e fazer considerações a respeito de suas propriedades mecânicas.

3.2.8 Ensaio de tração para diferentes diâmetros da fibra de Caranã

A tensão máxima em tração de uma fibra é uma propriedade importante que influencia de modo direto no reforço efetivo das fibras em relação à matriz. Utilizando a norma ASTM-D2101, as fibras foram submetidas ao ensaio de tração para os seus diferentes diâmetros. Os ensaios foram realizados em uma máquina universal Instron modelo 3365 e com velocidade de ensaio de $0,4mm/min$, pertencente ao Laboratório de Ensaio Não Destrutivos Corrosão e Soldagem da Universidade Federal do Rio de Janeiro (LNDC/UFRJ).

As fibras foram preparadas de maneira que as suas extremidades estivessem fixadas por uma fita adesiva, tipo esparadrapo, para evitar seu esmagamento pelas garras da máquina e dificultar o escorregamento. Na Figura 3.3 a representação esquemática para a preparação do ensaio.

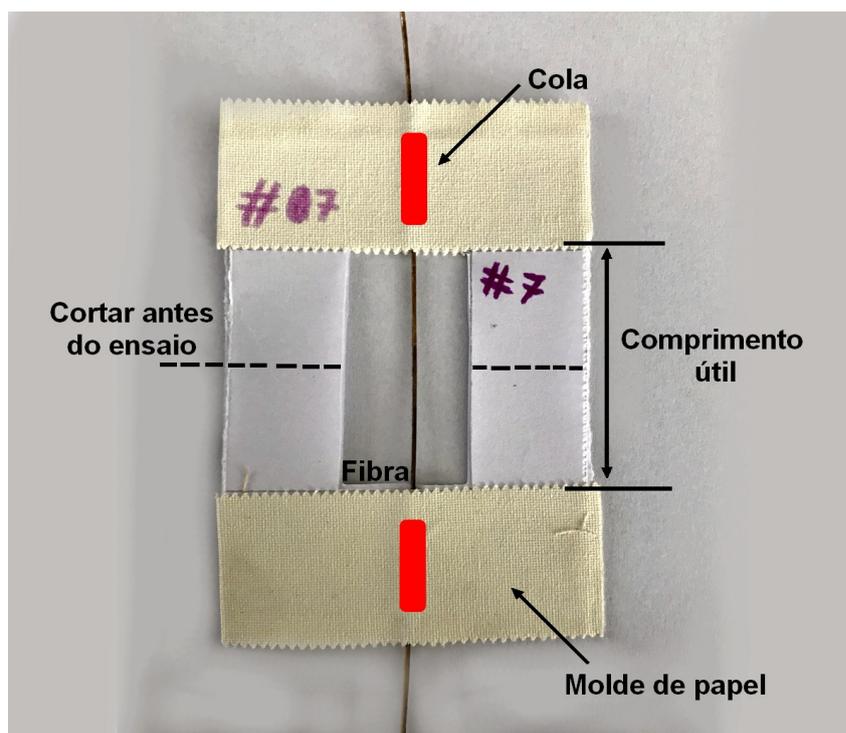


Figura 3.3 – Amostra preparada para ensaio de tração das fibras individuais.

3.2.9 Ensaio de escorregamento de fibras – “Pullout”

Para possibilitar maiores valores de resistência é necessário que haja uma boa aderência da fibra a matriz polimérica. Atendendo a esse conceito KELLY; TYSON apresentaram um comprimento crítico (l_c) que deve ser excedido para que a fibra seja rompida sem escorregar da matriz. Considerando valores do comprimento da fibra (L) abaixo do crítico, espera-se a falha da interface com o descolamento da fibra. O comprimento crítico é dado pela Equação 3.13:

$$l_c = \frac{d * \sigma_f}{2 * \tau} \quad (3.13)$$

Em que l_c é o comprimento crítico da fibra, d seu diâmetro e σ_f o limite de resistência à tração da fibra. Para compósitos poliméricos com reforço de fibras naturais é de se esperar que haja uma fraca aderência, tendo em vista o caráter hidrofílico das fibras e hidrofóbico da matriz. Conseqüentemente, para verificar essa ligação entre as partes foi proposto o ensaio de escorregamento das fibras, Figura 3.4 .

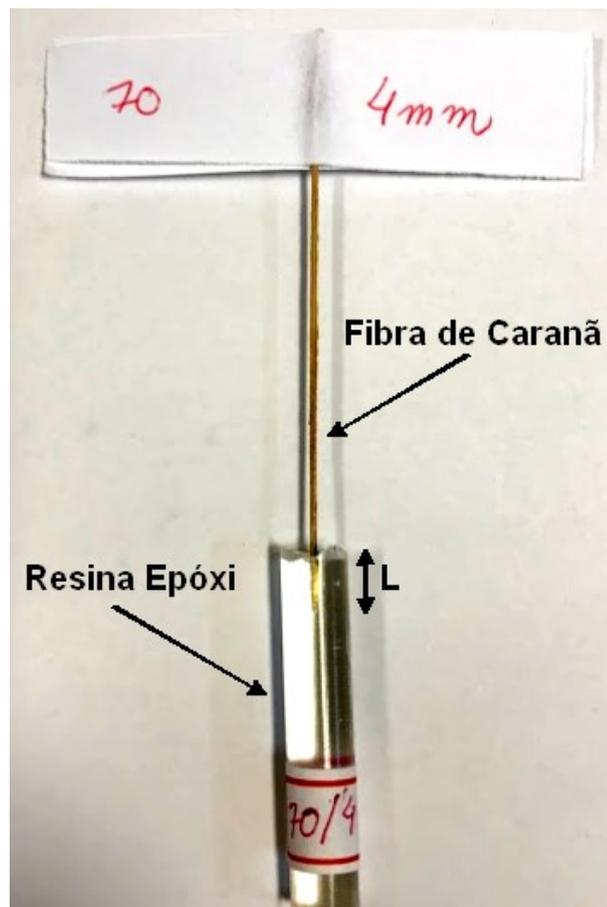


Figura 3.4 – Corpo de prova utilizado no ensaio de pullout, onde L (Comprimento do Embutimento) variou de 2 a 30 mm.

Para a preparação dos corpos de prova foram utilizadas fibras com o diâmetro

equivalente de $0,79 \mu\text{m}$. Os comprimentos utilizados para o embutimento foram $L = 2, 4, 6, 8, 10, 15, 20, 25$ e 30 mm . A capsula utilizada foi confeccionada com resina epóxi e possuía um comprimento de 50 mm . Foram confeccionados 10 (dez) corpos de prova, para cada um dos 9 (nove) intervalos. As amostras foram submetidas ao ensaio de tração, executado numa máquina universal Instron, modelo 3365, com célula de carga 25 kN , pertencente ao LNDC e com uma velocidade de ensaio de $0,75 \text{ mm/min}$. Com os valores máximos de tensão obtidos em relação ao comprimento embutido foi plotado um gráfico.

3.2.10 Análise termogravimétrica (TGA)

Seguindo a norma ASTM-E1131 foram realizadas as análises termogravimétricas. As amostras foram reduzidas a partículas e colocadas em cadinho de platina, numa atmosfera de Nitrogenio (N), taxa de vazão de 50 ml/min , taxa de aquecimento 10°C/min em um intervalo de temperatura de 25°C a 600°C . Foram obtidas as seguintes variáveis durante o ensaio: perda de massa (%), temperatura de início de perda de massa (T_{onset}) e temperatura de máxima taxa de perda de massa. Além disso, monitorou-se a desidratação da fibra (perda de umidade) para verificar qual temperatura a mesma deve ser mantida na estufa.

3.2.11 Análise por calorimetria diferencial de varredura (DSC)

As fibras de Caranã foram cominuídas e analisadas por um equipamento SHIMADZU modelo *DSC – 60A*, pertencente à Universidade Federal do Cariri (UFCA). Foram colocadas em um cadinho de alumínio sob uma atmosfera de Nitrogenio (N), taxa de vazão de 50 ml/min , taxa de aquecimento de 10°C/min e intervalo de temperatura de 50°C à 400°C . A partir dos resultados obtidos foi possível gerar uma curva com os eventos térmicos característicos da fibra.

3.3 Caracterização dos compósitos de caranã

Para preparação dos compósitos as fibras foram cortadas em um comprimento de 15 cm e levadas à estufa por 24 h , a 70°C . As proporções utilizadas para reforço foram de 10, 20 e 30% em volume, as quais correspondem em termos absolutos a 14, 124g, 28, 248g e 42, 372g, respectivamente.

O valor da densidade da resina epóxi foi baseado em dados obtidos na literatura (FILHO et al., 2020b), (OLIVEIRA et al., 2019), (FILHO et al., 2020a). Considerou-se para o *DGEBA/TETA* uma estimativa de $1,11 \text{ g/cm}^3$, em conformidade com a Tabela 2.1.

As placas, Figura 3.5, foram fabricadas com um molde metálico, Figura 3.2 (c), de volume interno de 180cm^3 e dimensões de $15 \times 12 \times 1\text{cm}^3$. Para isso foi necessário o auxílio de uma prensa SKAY com uma carga de 5 toneladas durante 24h obteve-se os corpos compósitos.



Figura 3.5 – Placa de resina epóxi e seus compósitos com diferentes percentuais de fibra caranã v/v.

3.3.1 Ensaio de tração

Utilizando a norma ASTM-D3039 o ensaio foi realizado no LNDC/UFRJ com um equipamento universal Instron, modelo 3365, célula de carga 25kN . A velocidade de ensaio utilizada nos corpos de prova foi de $2\text{mm}/\text{min}$. Foram produzidas 4 (quatro) placas sendo 3 (três) reforçadas com 10, 20 e 30% vol de fibras e 1 (uma) de resina pura. Todas as placas foram cortadas nas dimensões previstas pela norma já citada, conforme Figura 3.6. Para cada composição foram consideradas 7 (sete) unidades.

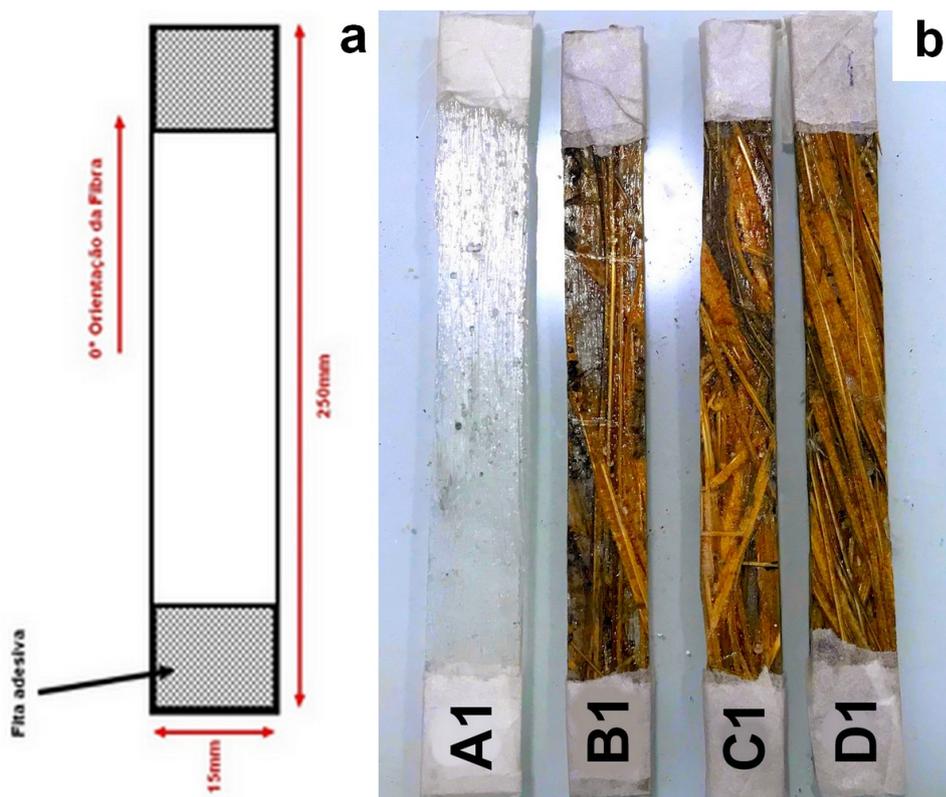


Figura 3.6 – Modelo do corpo de prova para ensaio de tração do compósito epóxi + caraná (a) medidas segundo a norma *ASTM D3039* (b) corpos de prova de 0%, A1; 10%, B1; 20%, C1 e 30%, D1.

3.3.2 Ensaio de impacto izod

O ensaio de impacto Izod foi realizado segundo a norma ASTM-D256. O objetivo foi aferir a energia de fratura dos compósitos em Joules por metro (J/m). Foram preparados 10 (dez) corpos de prova com dimensões de $63,5 \times 12,7 \times 10 \text{ mm}^3$, conforme Figura 3.7.

Para confecção do entalhe com $2,54 \text{ mm}$ de profundidade, ângulo de 45° e raio de curvatura de $40,25 \text{ mm}$, uma fresa em aço, disponível no Laboratório de Compósitos Reforçados com Fibras Naturais do Instituto Militar de Engenharia (IME) foi utilizada. O equipamento utilizado para o ensaio foi um Pantec, modelo *XC – 50* com um martelo de 11 J na Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF).

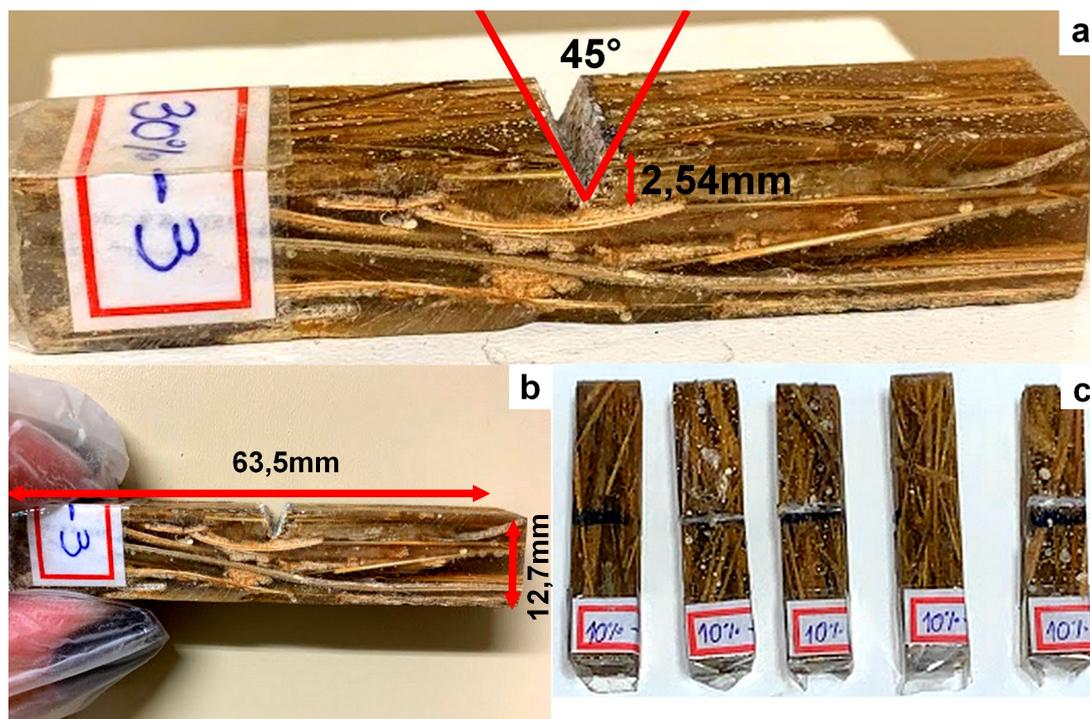


Figura 3.7 – Corpos de prova ensaio de impacto izod. (a) medida do entalhe (b) medida de comprimento e espessura (c) algumas amostras de 10%vol.

3.3.3 Análise termogravimétrica (TGA)

Para analisar a estabilidade térmica dos compósitos foram realizadas as análises termogravimétricas segundo a norma *ASTM E1131*. O equipamento utilizado foi um Shimadzu, modelo *DTG – 60H* localizado no Instituto de Macromoléculas professora Eloisa Mano (IMA).

As amostras com cerca de 10mg foram reduzidas a partículas e colocadas em cadinho de platina. A atmosfera utilizada foi de Nitrogenio (N) com taxa de vazão de 50ml/min, taxa de aquecimento 10°C/min em um intervalo de temperatura de 10°C a 600°C. Foram obtidas as seguintes variáveis durante o ensaio: perda de massa, temperatura de início de perda de massa (T_{onset}) e temperatura de máxima taxa de perda de massa. Além disso, foi possível traçar uma relação de estabilidade térmica entre as frações de volume de 10%, 20% e 30%.

3.3.4 Análise por calorimetria diferencial de varredura (DSC)

Para a análise por calorimetria diferencial de varredura (DSC) um processo semelhante ao de TGA foi realizado. As amostras de diferentes volumes de reforço foram cominuídas e colocadas em cadinho de Alumínio do equipamento Shimadzu, modelo *DTG – 60H* do IMA/UFRJ. Seguindo a norma vigente *ASTM E1131* a atmosfera utilizada

foi a de Nitrogênio (N), taxa de aquecimento de 10°C/min e um intervalo de temperatura de 10 a 250°C.

3.3.5 Velocidade residual

Para os testes balísticos, foi utilizado um rifle de pressão Gunpower SSS com um supressor de ruído Padrão Armas. O projétil é de um chumbo de calibre 22 com uma massa estimada de 3,3g. O aparato utilizado para esse ensaio apresenta-se na Figura 3.8.

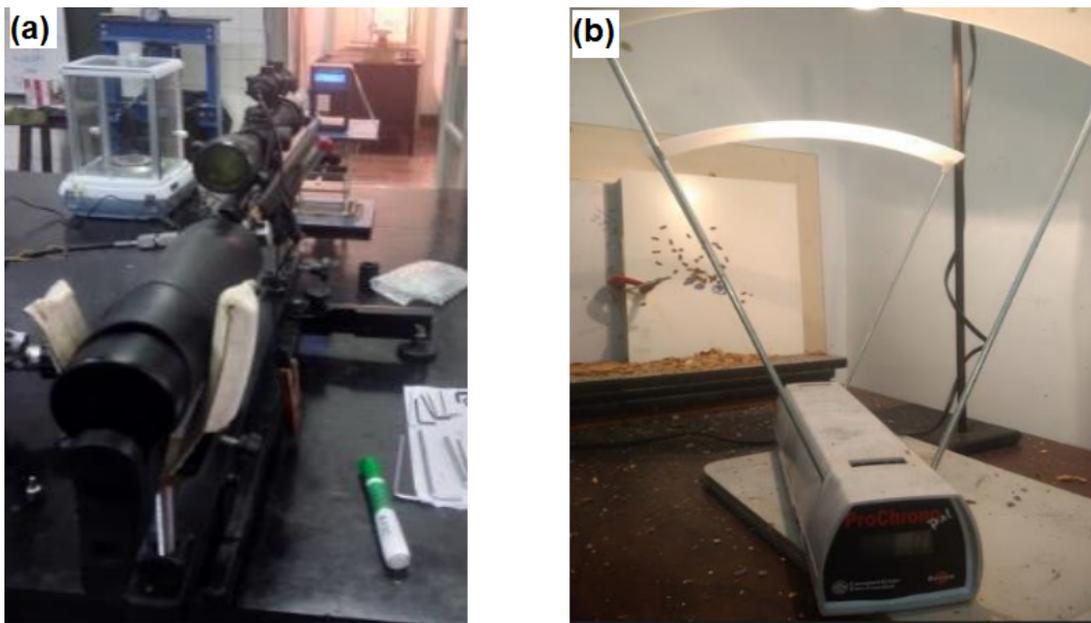


Figura 3.8 – Aparato utilizado no teste balístico: (a) provete (b) cronógrafo

Para a determinação da energia de absorção, um cronógrafo balístico Air Chrony modelo MK3, com precisão de 0,15 m/s, foi usado para medir a velocidade do impacto, e um cronógrafo balístico ProChrono modelo Pal, com precisão de 0,31 m/s, foi usado para medir a velocidade residual. O rifle de ar estava posicionado a 5m de distância do alvo, consistindo de uma placa presa por um torno de bancada e alinhado perpendicularmente ao rifle. Um cronógrafo balístico foi posicionado a 10cm antes do alvo e o outro foi colocado 10cm atrás do alvo. A energia absorvida pelo alvo foi calculada usando a Equação 3.14.

$$E_{abs} = \frac{m_p(v_i^2 - v_r^2)}{2} - E_{abs}^* \quad (3.14)$$

Em que m_p é a massa do projétil, v_i é a velocidade de impacto, v_r velocidade residual e E_{abs}^* é a energia absorvida sem amostra.

Outro parâmetro importante deste ensaio é a velocidade limite (VL) que é a raiz da relação entre a energia absorvida e a massa, Equação 3.15.

$$VL = \sqrt{\frac{2E_{abs}}{m}} \quad (3.15)$$

3.4 Método estatístico

É comum dados de confiabilidade serem coletados para garantir um limite seguro de um componente ou sistema. A partir disso, técnicas e métodos de análise são utilizados para se extrair uma conclusão mais geral das informações obtidas ((OLIVEIRA et al., 2019); (MONTEIRO et al., 2017)) . Abaixo seguem os métodos estatísticos utilizados nesse trabalho.

3.4.1 Weibull

A distribuição de Weibull é baseada no princípio da máxima verossimilhança além de ser a função estatística mais comum em aplicações de engenharia que exijam um nível de confiabilidade. Sua distribuição pode ser definida pela função de densidade dada pela Equação 3.16.

$$F(x) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{x}{\theta} \right)^\beta \right] \quad (3.16)$$

Em que θ é a unidade característica de Weibull ou parâmetro de escala e β o módulo de Weibull ou parâmetro de forma. Através de uma manipulação matemática redefine-se a Equação 3.16 para obter a Equação 3.17.

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - F(x)} \right) \right] = \beta \ln(x) - [\beta \ln(\theta)] \quad (3.17)$$

Onde β é o coeficiente angular e $-[\beta \ln(\theta)]$ o coeficiente linear que compõe uma reta. Utilizando o programa Weibull Analysis os parâmetros analisados foram colocados em ordem crescente e obtidos com relativa facilidade. A distribuição de Weibull foi utilizada para análise de desidade e tração das fibras de Caranã.

3.4.2 Análise de variância (ANOVA)

Um dos problemas a serem resolvidos pela inferência estatística é o de testar uma hipótese. Um teste de hipóteses permite uma conclusão na população a partir de resultados em uma amostra. A partir dessa informação foram realizadas análises de variância (ANOVA), por meio do teste T de comparação de médias. Esse teste é o mais utilizado por possuir um nível de significância de $\alpha = 5\%$ ($\alpha = 0,05$) (COSTA et al., 2020).

Os parâmetros utilizados para execução do teste de variância são referidos na Tabela 3.1 abaixo:

Tabela 3.1 – Análise de variância de um experimento totalmente ao acaso.

| Causas da Variação | GL | SQ | QM | F |
|--------------------|-------|---------|---------|--------------------|
| Tratamentos | k - 1 | SQT_r | QMT_r | 95% confiabilidade |
| Resíduo | n - k | SQR | QMR | |
| Total | n - 1 | SQT | | |

Em que SQT_r é a soma dos quadrados de tratamento, SQR a soma dos quadrados do resíduo, SQT a soma dos quadrados totais, QMT_r o quadrado médio de tratamento, QMR o quadrado médio do resíduo, F é igual ao F crítico que é um valor tabelado, $k - 1$ é o nº de graus de liberdade de tratamentos, $n - k$ o nº de graus de liberdade do resíduo, $n - 1$ o nº de graus de liberdade do total, C a correção, y são os valores obtidos nas análises, r o nº de repetições e T a soma dos valores obtidos das análises para cada tratamento.

Para obter esses valores foi necessário empregar as Equações de 3.18 a 3.24.

$$C = \frac{(\sum y)^2}{n} \quad (3.18)$$

$$SQT = \sum y^2 - C \quad (3.19)$$

$$SQT_r = \frac{\sum T^2}{r} - C \quad (3.20)$$

$$SQR = SQT - SQT_r \quad (3.21)$$

$$QMT_r = \frac{SQT_r}{k - 1} \quad (3.22)$$

$$QMR = \frac{SQR}{n - k} \quad (3.23)$$

$$F = \frac{QMT_r}{QMR} \quad (3.24)$$

O valor de F calculado quando superior ao F crítico, conclui-se que é nula a hipótese de que eram iguais as médias dos resultados obtidos das propriedades mecânicas da fibra de Caranã. Sendo assim, determinou-se a diferença mínima significativa (d.m.s) a partir do teste de Tukey, Equação 3.25.

$$D.M.S = q\sqrt{\frac{QMR}{r}} \quad (3.25)$$

Em que q é o valor dado em uma tabela e r o número de repetições de cada tratamento. Se o valor absoluto da diferença entre duas médias for igual ou maior do que a diferença mínima significativa (d.m.s), as médias serão consideradas estatisticamente diferentes, ao nível de significância estabelecido. ,

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão discutidos inicialmente os resultados obtidos da fibra e após dos compósitos, Figura 4.1, seguindo a mesma cronologia do capítulo Materiais e Métodos.

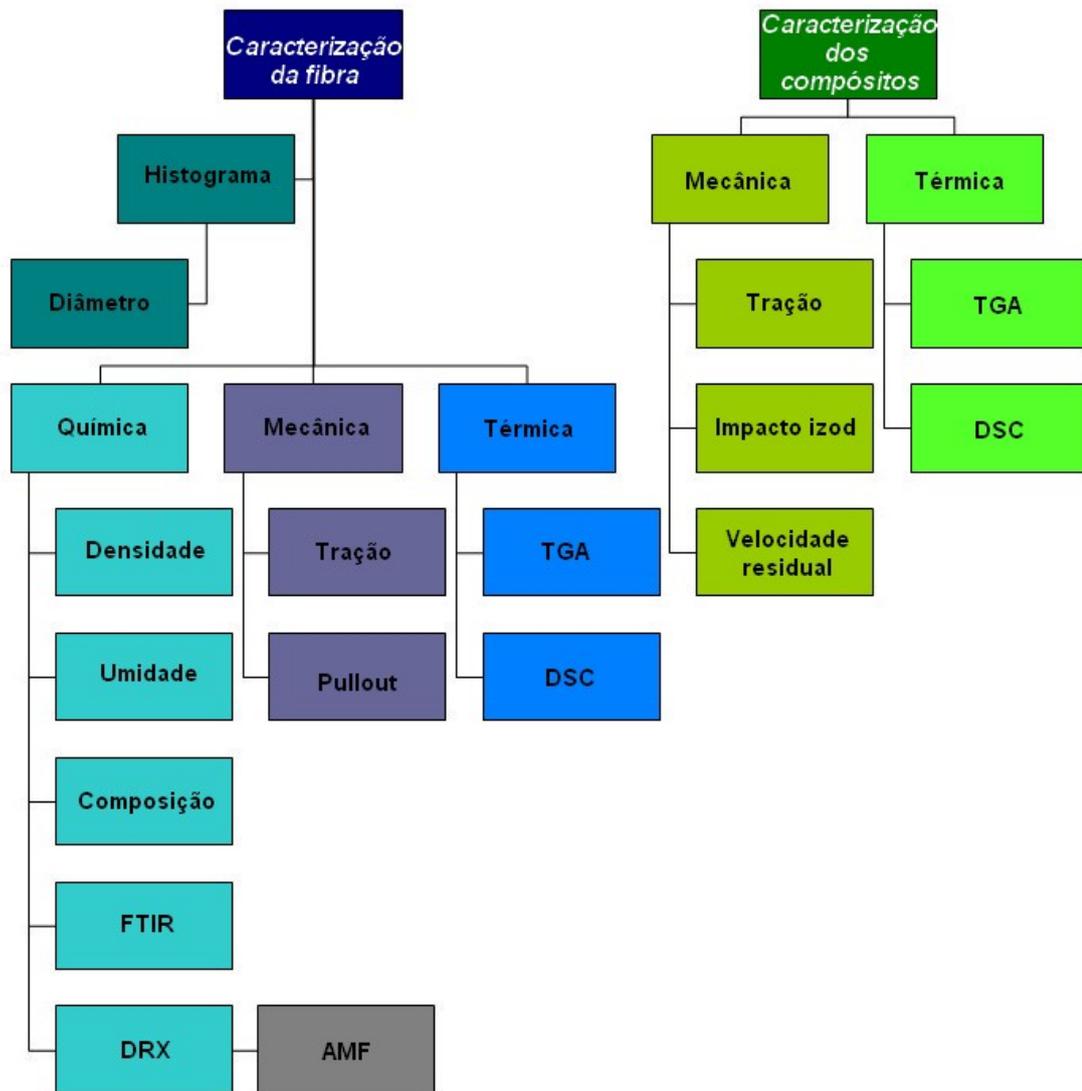


Figura 4.1 – Diagrama de caracterizações.

4.1 Caracterização da fibra de caranã

Imagens de MEV da seção transversal da fibra de caranã são mostradas na Figura 4.2. Pode-se ver que ela apresenta estruturas semelhantes às de outras FNLs (MONTEIRO et al., 2011), (HAMAD et al., 2017) com um lúmen no centro, cercado por várias paredes formadas por fibrilas de celulose semi-cristalina incorporada em uma matriz de hemicelulose

e lignina. A estrutura tem uma forma de lúmen interno quase circular. Além disso, espera-se uma baixa densidade, em comparação com outras fibras (REIS et al., 2019), (LUZ et al., 2018), (MONTEIRO et al., 2014) isso pode ser parcialmente explicado devido à grande quantidade de lúmen e a estrutura fina da parede celular.

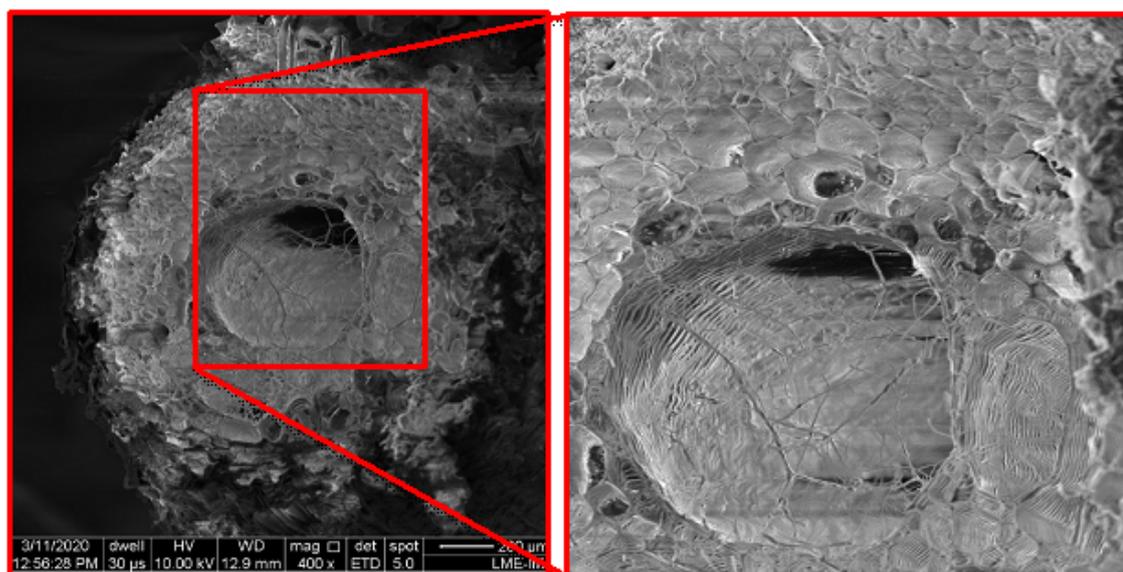


Figura 4.2 – Imagens de MEV (400x) da seção transversal da fibra de caranã.

4.1.1 Diâmetro

A frequência média das dimensões das seções transversais para as fibras investigadas, na Figura 4.3, revela uma distribuição quase normal no intervalo de 0,3 a 1,2 μm com 0,79 μm como a média do diâmetro equivalente. É importante ressaltar que todo o trabalho de desfibrilação da fibra de Caranã é manual, sendo assim, provavelmente há uma influência do operador para retirada das fibras do pecíolo.

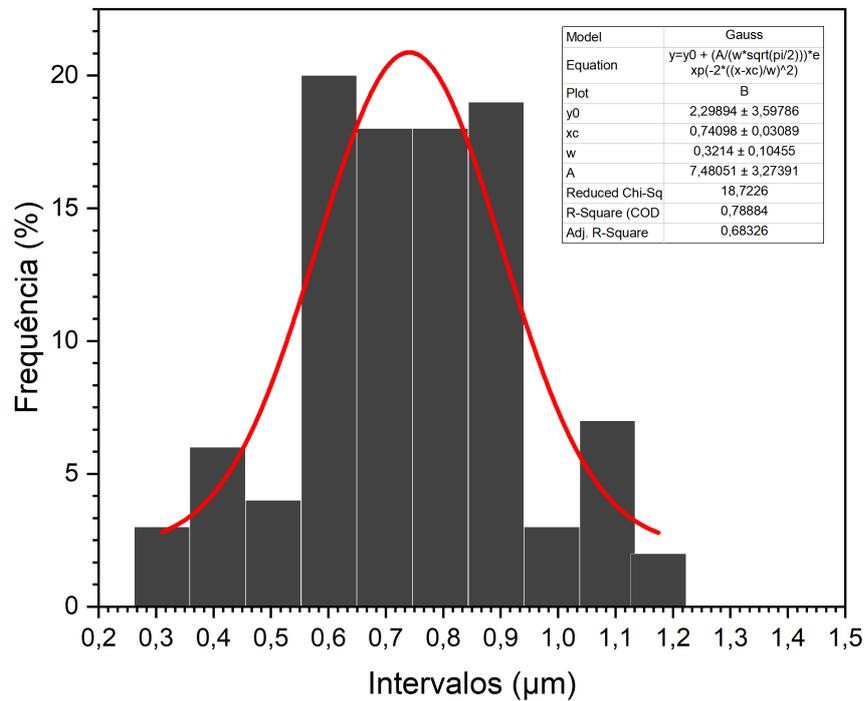


Figura 4.3 – Distribuição de frequências das dimensões médias da seção transversal das fibras de Caranã (μm)

As 10 (dez) classes de diâmetros obtidas para a fibra seguem na Tabela 4.1. Observe-se que as classes 4, 5, 6 e 7 possuem uma maior frequência relativa enquanto que as classes 1 e 10 possuem menor quantidade em relação às demais.

Tabela 4.1 – Diferentes intervalos de dimensões da fibra de caranã.

| Classe | Intervalo (μm) | Frequência (%) |
|--------|-----------------------------|----------------|
| 1 | 0,310 - 0,406 | 3 |
| 2 | 0,407 - 0,502 | 6 |
| 3 | 0,503 - 0,598 | 4 |
| 4 | 0,599 - 0,694 | 20 |
| 5 | 0,695 - 0,790 | 18 |
| 6 | 0,791 - 0,886 | 18 |
| 7 | 0,887 - 0,982 | 19 |
| 8 | 0,983 - 1,018 | 3 |
| 9 | 1,019 - 1,174 | 7 |
| 10 | 1,175 - 1,273 | 2 |

Como já relatado na literatura por (MONTEIRO et al., 2017), (NETTO et al., 2016), a baixa porcentagem de fibras no intervalo 1 pode originar-se do fato de ser mais difícil conseguir fibras finas e longas que não se rompam ao serem desfiadas manualmente.

Em relação ao intervalo 10 admite-se que fibras com maiores diâmetros possuem maior quantidade de defeitos, Figura 4.4, sendo assim é mais difícil obtê-las.

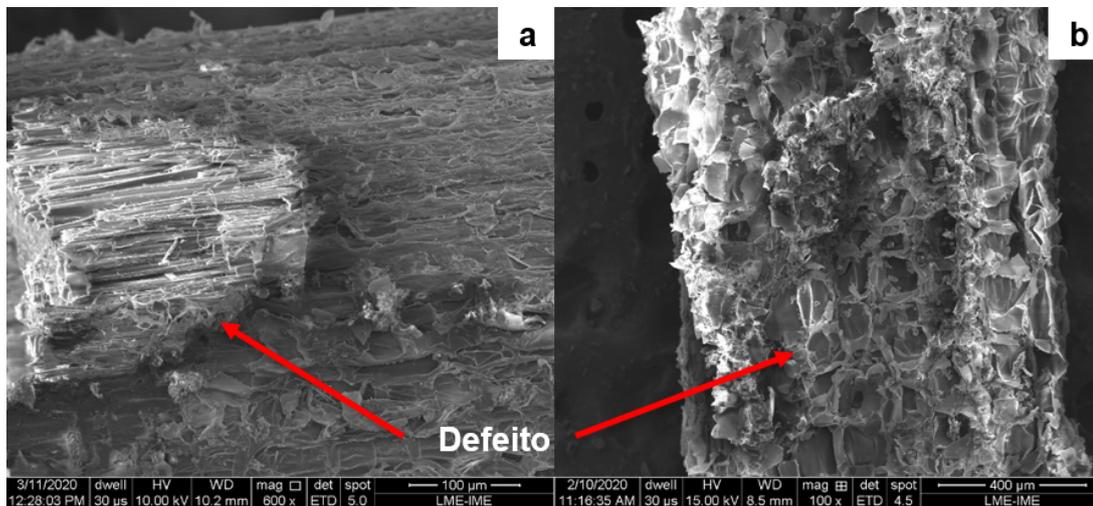


Figura 4.4 – Imagens de MEV de uma fibra grossa de Caranã: (a) aumento 600x (b) aumento 100x.

4.1.2 Densidade

Foram descobertas medidas de densidade para 100 (cem) fibras de caranã investigadas, com área de seção transversal distinta. Os resultados foram obtidos por meio da relação massa/volume. Adicionalmente, também foi utilizada a regra das misturas, utilizando uma placa compósita de 10% em volume de fibra, com o objetivo de comprovar os ensaios anteriores.

O valor médio dos intervalos encontrados, assim como os parâmetros de Weibull estão apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Parâmetros de Weibull para os intervalos de densidade da fibra de caranã.

| Classe | Intervalo (μm) | Densidade Média Linear ($\frac{g}{L}$) | β | θ | R^2 |
|--------|-----------------------------|--|---------|----------|--------|
| 1 | 0,310 - 0,406 | 0,797 | 4,432 | 0,8288 | 0,9346 |
| 2 | 0,407 - 0,502 | 0,726 | 4,215 | 0,7999 | 0,8637 |
| 3 | 0,503 - 0,598 | 0,625 | 6,711 | 0,6648 | 0,9895 |
| 4 | 0,599 - 0,694 | 0,765 | 6,813 | 0,8177 | 0,9638 |
| 5 | 0,695 - 0,790 | 0,715 | 5,287 | 0,7750 | 0,9577 |
| 6 | 0,791 - 0,886 | 0,573 | 7,844 | 0,6077 | 0,9125 |
| 7 | 0,887 - 0,982 | 0,660 | 7,068 | 0,6996 | 0,8887 |
| 8 | 0,983 - 1,018 | 0,697 | 5,541 | 0,6174 | 0,8179 |
| 9 | 1,019 - 1,174 | 0,486 | 9,630 | 0,5290 | 0,8104 |
| 10 | 1,175 - 1,273 | 0,533 | 13,040 | 0,5451 | 0,8471 |

Calculando-se a média das densidades e o desvio padrão tem-se uma densidade média de 0,658 g/L com um desvio padrão de $\pm 0,097$ g/L. Esse resultado se assemelha as

fibras de guarumã e curauá, Tabela 2.3, que apresentam boas propriedades mecânicas.

Os parâmetros de Weibull foram obtidos através do software Weibull Analysis. Os valores de θ seguem as mesmas tendências dos valores apurados da fibra caranã e o parâmetro R^2 também apresentou um valor estatisticamente aceitável $\geq 0,8104$.

4.1.3 Teor de umidade

Como a fibra possui um caráter hidrofílico (afinidade com a água) e a resina epóxi um caráter hidrofóbico (aversão a água) valores de teor de umidade da fibra se fazem importantes. A Tabela 4.3 apresenta os resultados obtidos conforme a norma ASTM-D1348.

Tabela 4.3 – Percentual de umidade da fibra de caranã (%).

| Nº de amostras | $m_{original}$ úmida (g) | 2h | 2h30min | 3h | % de umidade |
|----------------|--------------------------|--------|---------|--------|--------------|
| 1 | 0,7666 | 0,6691 | 0,6631 | 0,6631 | 15,6085 |
| 2 | 0,5345 | 0,4689 | 0,4680 | 0,4679 | 14,2338 |
| 3 | 0,6162 | 0,5419 | 0,5415 | 0,5414 | 13,8160 |
| 4 | 0,5679 | 0,4999 | 0,4967 | 0,4966 | 14,2972 |

Com os valores alcançados, tem-se que o teor de umidade médio da fibra de Caranã é de 14,4889% com um desvio padrão de $\pm 0,39\%$. Valor esse considerado comum entre as fibras já estudadas na literatura, como Hemp (12%) e Juta (12%) (ALI et al., 2018).

4.1.4 Composição química

É essencial realizar a análise da composição química como parte da caracterização da fibra de caranã, porque através dela pode-se entender melhor as propriedades mecânicas de uma fibra natural. Mais quantidade de conteúdo de celulose garante que a fibra tenha um alto módulo de elasticidade e resistência à tração (BASKARAN et al., 2018).

A Tabela 4.4 apresenta os resultados obtidos de composição química da fibra de caranã. Para uma comparação uma busca na literatura foi realizada para outras fibras e também estão evidenciadas. Nessa tabela teores de cinzas (%TC), extrativos (%TE), lignina (%TL), hemicelulose (%TH) e celulose (%TA) são mostrados.

Tabela 4.4 – Comparação de composições químicas da fibra de caranã com outras fibras lignocelulósicas.

| Fibra | %TC | %TE | %TL | %TH | %TA | Referência |
|----------|---------|---------|----------|----------|----------|------------------------|
| Caranã | 8,4±0,1 | 3,8±1,1 | 35,8±1,0 | 14,6±0,8 | 54,0±6,2 | Presente Trabalho |
| Curauá | 2,5 | 0,79 | 6,8 | 15,0 | 62,8 | (SILVA et al., 2019) |
| Juta | 0,2 | 0,5 | 9,0 | 16,0 | 67,0 | (INAMURA et al., 2016) |
| Hemp | 0,9 | 0,8 | 4,0 | 20,0 | 81,0 | (PENNAS et al., 2019) |
| Sisal | 1,2 | 2 | 8,0 | 11,5 | 60,0 | (PENNAS et al., 2019) |
| Coco | - | 4,0 | 45,0 | 0,3 | 46,0 | (PENNAS et al., 2019) |
| Castanha | - | 7,5 | 35,8 | - | 53,3 | (INAMURA et al., 2016) |

O teor de celulose encontrado na fibra de caranã, 54,0 %, está na faixa da fibra da casca da castanha, 53,3 % (INAMURA et al., 2016) e um pouco mais alto foi encontrado para o sisal, 60,0 % (PENNAS et al., 2019), propriedades do sisal podem ser consultadas na Tabela 2.3. A celulose é um parâmetro importante a ser discutido sobre a fibra porque contribui para a resistência da parede celular das células vegetais e por este motivo está diretamente relacionada ao desempenho mecânico (SUMESH; KANTHAVEL; KAVIMANI, 2020). O gráfico da Figura 4.5 ilustra melhor os resultados obtidos para a fibra de caranã.

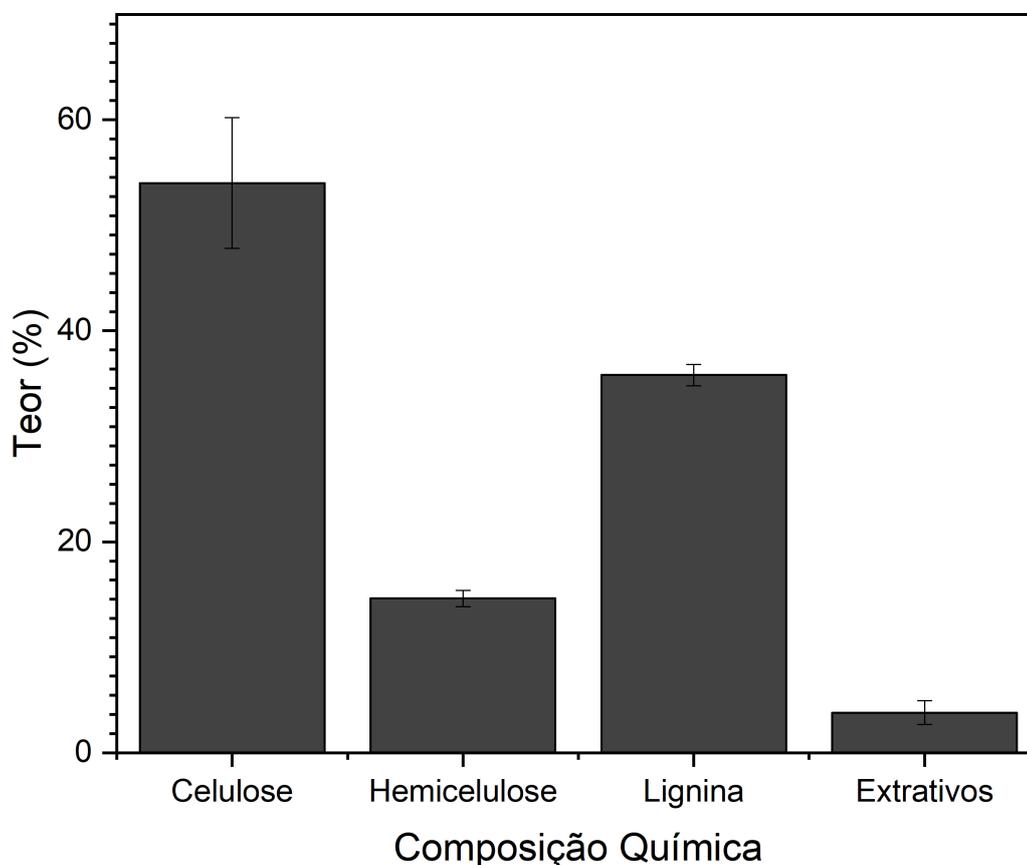


Figura 4.5 – Composição química da fibra de caranã com desvio padrão.

O teor de cinza é um ensaio realizado a parte para verificar o qa presença de compósitos inorgânicos. Nesse caso, em comparação as demais fibras relacionadas na Tabela 4.4 a fibra de caranã mostrou um excelente resultado. Quanto ao desvio padrão obtido, principalmente para celulose ($\pm 6,20$), acontece devido a perdas durante o processo de obtenção dos teores. Além disso deve-se levar em consideração a heterogeneidade da fibra e que apesar do ensaio ter sido realizado por um mesmo operador ainda há uma visível influência no aspecto final dos resultados como observa-se na Figura 4.6.



Figura 4.6 – Alfa celulose da fibra de caranã

4.1.5 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 4.7 mostra o FTIR da fibra de caranã. As duas áreas mais importantes para o exame preliminar dos espectros são as regiões de 4000 a 1300cm^{-1} e de 900 a 650cm^{-1} onde a região de mais alta frequência é chamada de região dos grupos funcionais.

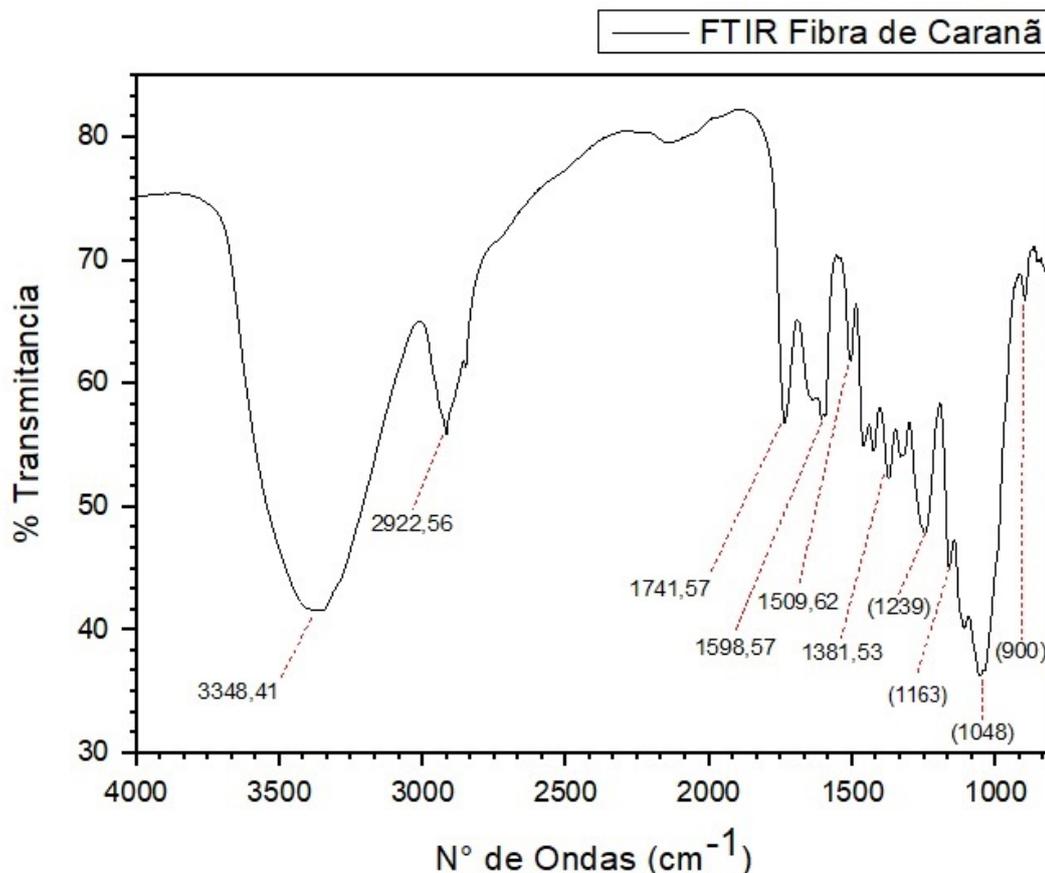


Figura 4.7 – FTIR da fibra de caraná.

Esse espectro é muito semelhante aos encontrados na literatura relatado por DEMOSTHENES et al. (2020), REIS et al. (2020) e ORNAGHI et al. (2016). Na Tabela 4.5 um resumo do tipo de deformação que ocorre com os grupos funcionais da fibra de caraná.

Tabela 4.5 – Resultados de FTIR da fibra de caraná.

| Pico (cm^{-1}) | Tipo de deformação | Literatura |
|--------------------|--------------------------|----------------------------|
| 3348,41 | OH | (DEMOSTHENES et al., 2020) |
| 2922,56 | CH (alifático+aromático) | (NEVES et al., 2020) |
| 1741,57 | C=O | (REIS et al., 2019) |
| 1598,57 | CH sp^2 | (MAHESHWARAN et al., 2018) |
| 1509,62 | C_6H_6 | (IZWAN et al., 2020) |
| 1381,53-1048 | C-H, C-O e C-O-C | (BABU et al., 2019) |
| 1163 | C-O | (REIS et al., 2019) |
| 900 | CH sp^3 | (MONTEIRO et al., 2014) |

Fazendo uma análise desses grupos é possível afirmar que o alongamento de OH estendendo-se em $3348,41\text{ cm}^{-1}$ é característico dos grupos hidroxil presentes nas estruturas

de celulose, hemicelulose, água, além de extrativos e ácidos carboxílicos (DEMOSTHENES et al., 2020).

A banda de absorção de $2922,56\text{ cm}^{-1}$ é característica em qualquer macromolécula presente nos componentes de celulose e hemicelulose existentes na fibra natural (NEVES et al., 2020).

Segundo REIS et al. (2019) o estiramento em $1741,57\text{ cm}^{-1}$ pode ser de uma cetona não conjugada, éster ou de grupos carboxílicos provenientes principalmente da Hemicelulose. Ainda de acordo com IZWAN et al. (2020), os estiramentos de C-O e C-H são resultantes da Hemicelulose assim como a vibração do anel aromático em $1509,62\text{ cm}^{-1}$ possui relação com a Lignina.

Bandas de $1381,53\text{ cm}^{-1}$ à 1048 cm^{-1} , frequentemente encontradas nas FNLs, são atribuídas a grupos de dentro da celulose e de alguns carboidratos. A banda de 900 cm^{-1} é proveniente do C-H fora do plano da hidroxifenila que é uma das principais unidades aromáticas na molécula de Lignina (MONTEIRO et al., 2014).

4.1.6 Difração de raio X (DRX)

Segundo GÜVEN et al. (2016), o alto teor de celulose influencia diretamente nas propriedades mecânicas das fibras uma vez que é o único constituinte a se cristalizar. Utilizando o método descrito por SEGAL et al. (1959), Equação 3.12, obteve-se o índice de cristalinidade a partir da área máxima dos picos relacionados aos planos cristalinos (101) e (002), os quais estão associados às fases amorfa e cristalina das fibras respectivamente.

Ao observar a Figura 4.8 os resultados indicam uma alta cristalinidade para as fibras de Caranã com um valor de $I_c = 70,09\%$, obtido a partir da Equação 3.12:

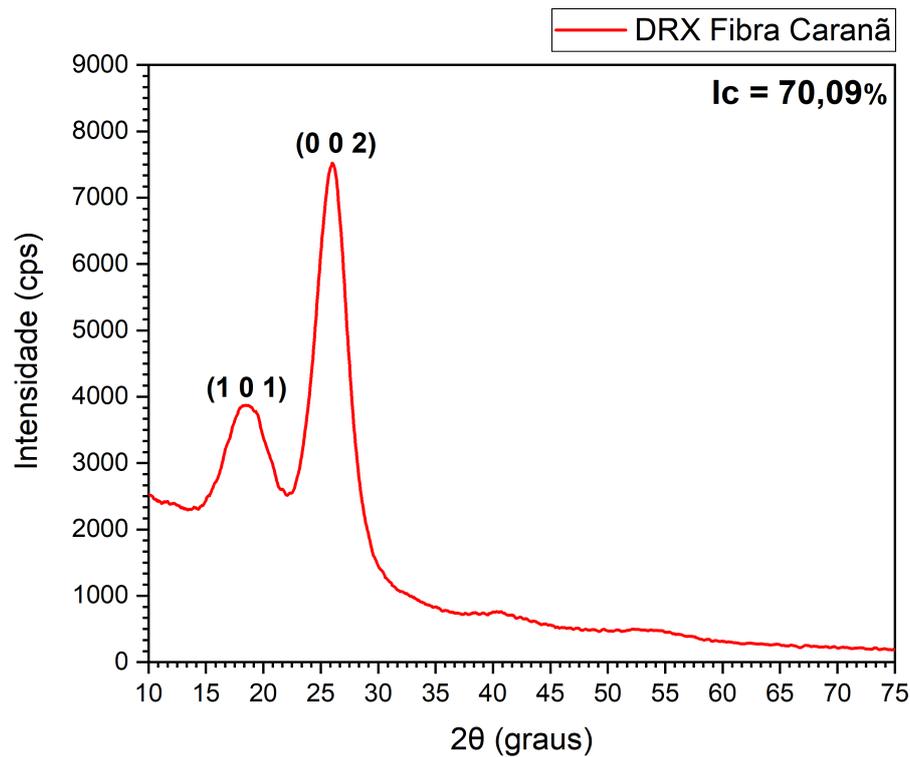


Figura 4.8 – Difratograma das fibras de caranã.

A partir do difratograma, Figura 4.8, e com o auxílio do OriginLab ((SEIFERT, 2014)), foi possível calcular o ângulo microfibrilar (AMF) da fibra de Caranã. Para isso, o pico (002) relacionado a parte cristalina da fibra foi destacado para avaliação.

O ângulo microfibrilar é uma propriedade importante porque ele está diretamente relacionado as propriedades mecânicas das fibras. Para caranã o resultado obtido foi de $7,656^\circ$ que é similar aos já relatados na literatura (Tabela 2.2), se aproximando ao AMF das fibras de Guarumã, Hemp e Juta que apresentam ótimas propriedades mecânicas (Tabela 2.3).

4.1.7 Ensaio de tração para diferentes diâmetros da fibra de caranã

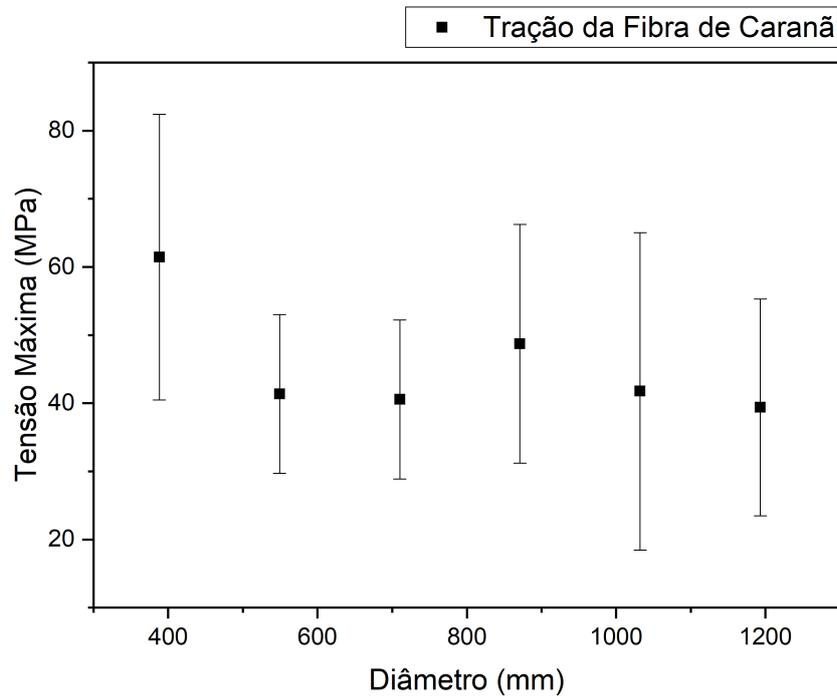


Figura 4.9 – Tensão máxima x diâmetro das fibras de caranã.

Pode-se observar na Tabela 4.6 os seguintes valores de resistência à tração para fibra de caranã:

Tabela 4.6 – Resultados para o ensaio de tração das fibras de caranã mais seus parâmetros de Weibull.

| Intervalo | Diâmetro Médio (μm) | σ (MPa) | Desv. Pad. | β | θ | R^2 |
|-----------|----------------------------------|----------------|-------------|---------|----------|--------|
| 1 | 388,25 | 61,44641947 | 20,96891977 | 1,981 | 70,03 | 0,9732 |
| 2 | 549,25 | 41,37336404 | 11,66219516 | 2,507 | 43,11 | 0,8820 |
| 3 | 710,25 | 40,55024549 | 11,66219516 | 2,801 | 43,87 | 0,9884 |
| 4 | 871,25 | 48,71578862 | 17,53033396 | 2,037 | 50,34 | 0,9658 |
| 5 | 1032,25 | 41,75255233 | 23,29294608 | 1,833 | 53,33 | 0,9802 |
| 6 | 1193,25 | 39,39287469 | 15,90877904 | 1,832 | 43,13 | 0,8438 |

Identifica-se valores de θ semelhantes aos encontrados como limite de resistência à tração. O parâmetro R^2 também se aproxima de 1 indicando a aleatoriedade dos resultados obtidos, de forma que os dados estão bem ajustados a uma distribuição de Weibull. Como os valores apresentados na Tabela 4.6 possuem desvio padrão relativamente alto, em relação ao valor da resistência à tração para cada intervalo, realizou-se uma análise estatística de comparação de médias utilizando a ANOVA, Tabela 4.7.

Tabela 4.7 – ANOVA para o ensaio de tração das fibras de caranã.

| C | 51258,6625 | | | | |
|--------------------|------------|----------|--------|------------|---------------|
| Causas de variação | GL | SQ | QM | F_{calc} | $F_{critico}$ |
| Tratamentos | 5 | 1934,99 | 387,00 | 1,25 | 2,53 |
| Resíduo | 30 | 9255,59 | 308,52 | | |
| Total | 35 | 11190,58 | - | | |

Como $F_{critico}$ é maior que F_{calc} pode-se afirmar que as médias de tração da fibra de caranã para os intervalos ensaiados são estatisticamente iguais a um nível de 95% de confiança. DEMOSTHENES et al. (2020) discutiram a correlação inversa entre propriedades mecânicas e o diâmetro da fibra atribuindo esses resultados a densidade de defeitos presentes como na Figura 4.10.

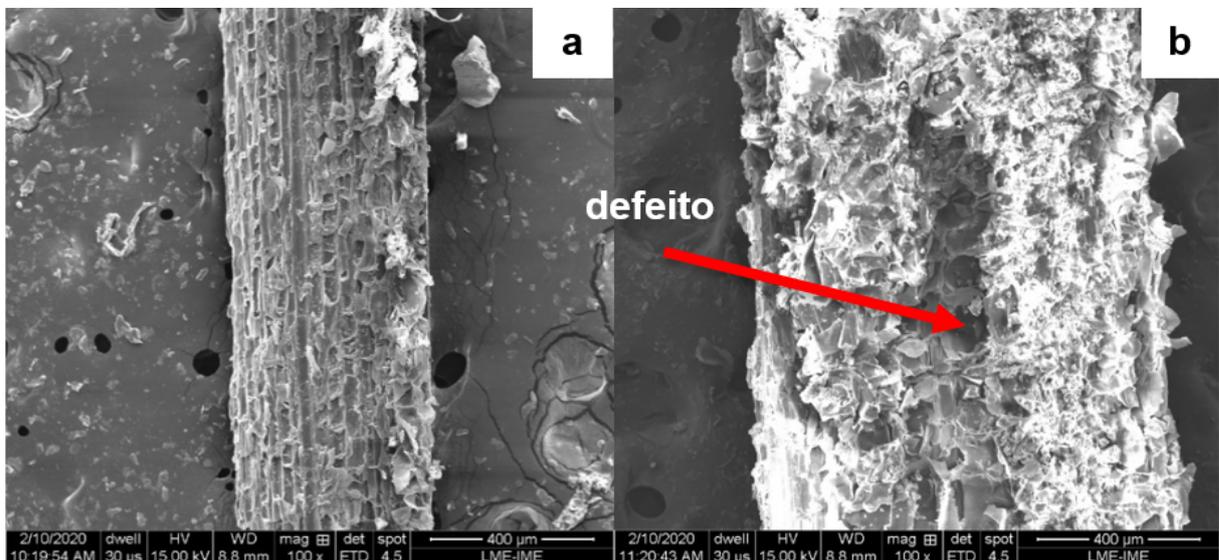


Figura 4.10 – (a) MEV - 100x fibra fina de caranã (b) MEV - 100x fibra grossa caranã.

A Figura 4.11 mostra algumas das curvas típicas de Tensão (MPa) versus Deformação (mm), representativas do comportamento observado para as fibras de Caranã em todos os diâmetros e intervalos. Essas curvas apresentam um comportamento elástico linear inicial, seguidas por uma ruptura abrupta sem extensão plástica aparente.

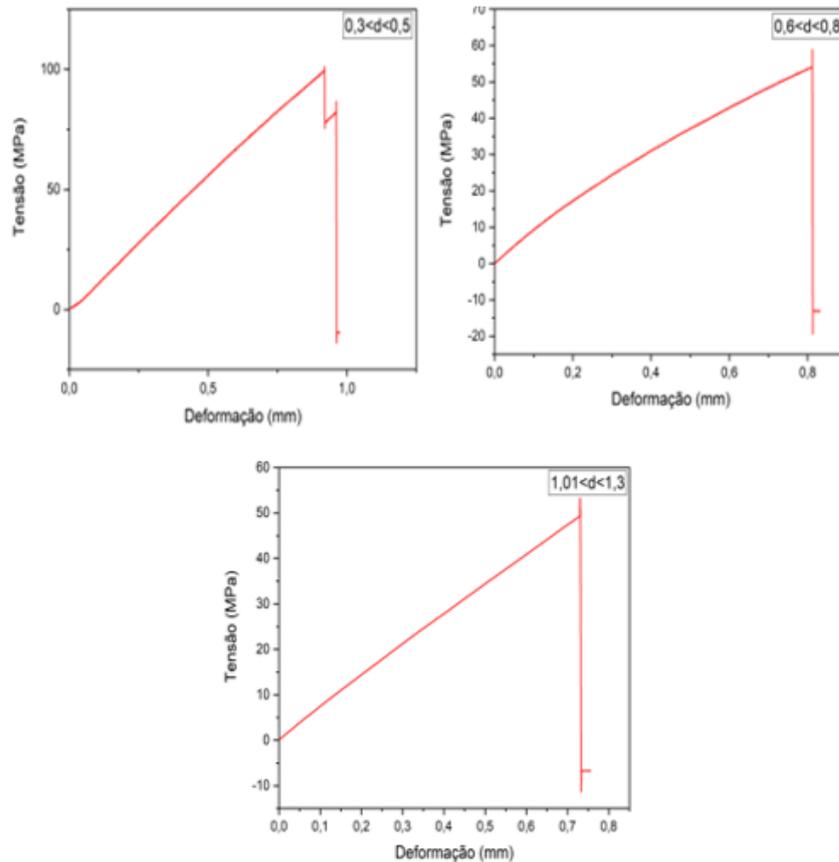


Figura 4.11 – Curva típica de tensão x deformação das fibras de caranã para diferentes intervalos de diâmetro.

4.1.8 Ensaio de escorregamento das fibras – pullout

Com os resultados obtidos da fibra de Caranã foi plotado o gráfico da Figura 4.12. O gráfico compreende duas retas que se tocam no limite crítico de escorregamento da fibra de Caranã em relação a resina epóxi. A partir de uma horizontal, passando pelo ponto de encontro das retas, obtém-se o comprimento crítico da fibra (l_c) de $8,40\text{mm} \pm 0,55$ e a tensão de Pullout de $17,24\text{MPa} \pm 0,20$. De posse desses valores foi possível calcular o valor de resistência da ligação da fibra/matriz (τ) dado pela Equação 3.13 e achar um resultado de $0,9815\text{MPa}$.

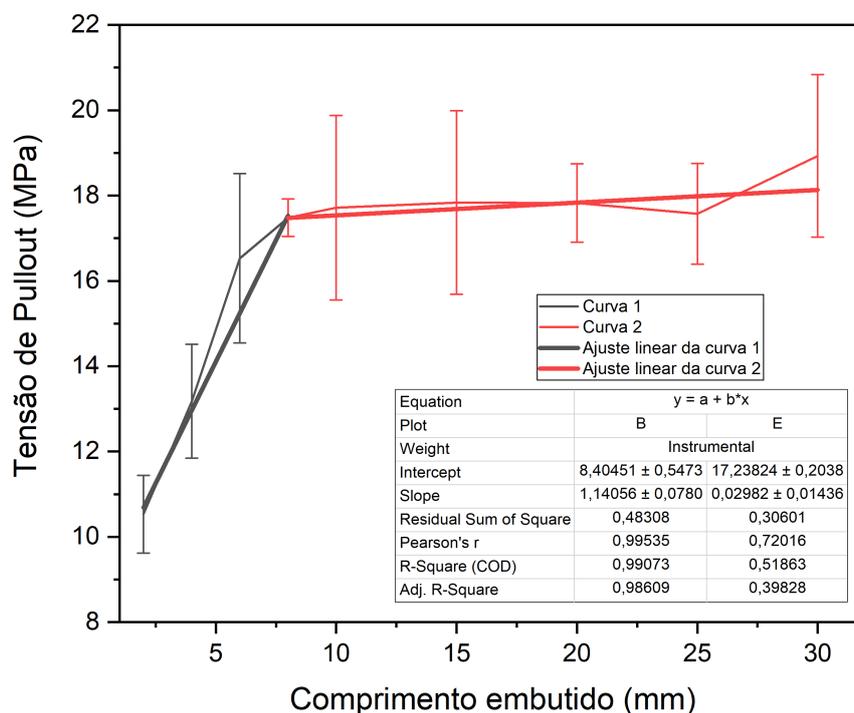


Figura 4.12 – Ensaio de pullout das fibras de caranã.

A resistência da ligação da fibra de Caranã com a matriz epóxi por comparação aos resultados já encontrados na literatura ((SANJAY et al., 2018); (PICKERING; EFENDY; LE, 2016)) é baixa. Ainda assim, como o valor do comprimento crítico é pequeno admite-se que há o reforço da matriz com a fibra mesmo que ambas não possuam grande afinidade.

4.1.9 Análise termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) da fibra de Caranã é apresentada na Figura 4.13 junto com a sua derivada de primeira ordem (DTG). A partir das curvas é possível perceber que há uma perda de massa de 8% entre as temperaturas de 40 e 100°C proveniente da desidratação das fibras. Até os 250°C a fibra de Caranã perde somente 12% em massa, indicando que possui uma boa estabilidade térmica. A maior perda de massa, em torno de 68%, ocorreu entre as temperaturas de 257,50°C (T_{onset}) e 399,05°C, no qual verifica-se a máxima taxa em 338,97°C. Sendo assim, pode-se afirmar que com temperaturas acima de 260°C inicia-se o processo de degradação térmica da fibra. Por fim, a partir de 400°C, há uma rampa de perda associada a componentes estruturais da fibra de Caranã, conforme MONTEIRO et al. (2011).

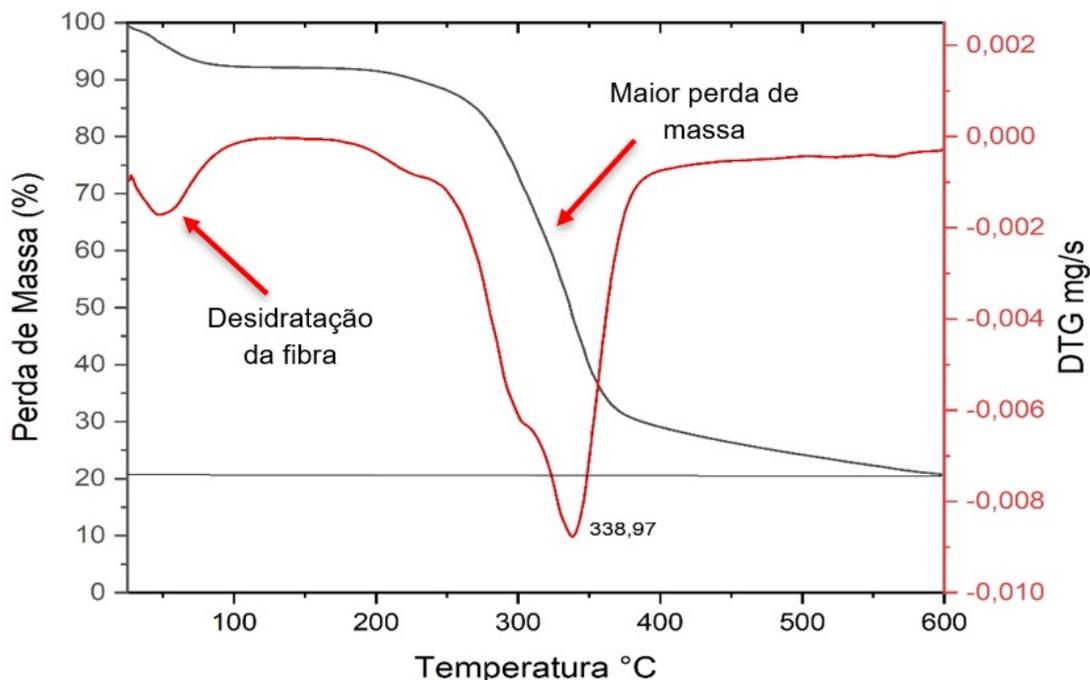


Figura 4.13 – Curvas de TGA/DTG da fibra de caranã.

A curva de DTG mostra um pico não simétrico em relação à perda de água que corresponde a uma reação que ocorre simultaneamente em aproximadamente 300°C. Em relação ao pico que se inicia em T_{onset} não existe essa simetria, compondo-se então de duas reações que são parcialmente sobrepostas. Tais decomposições são provenientes da hemicelulose em açúcares monoméricos, furanos, furfurais, aldeídos, ácido acético e da celulose em polissacarídeos de menor massa molar (PREMKUMAR et al., 2020).

4.1.10 Análise por calorimetria diferencial de varredura (DSC)

O gráfico mostrado na Figura 4.14 exibe o resultado da análise de DSC para a fibra de Caranã. É possível perceber um pico endotérmico por volta dos 85°C, provavelmente gerado pela perda de umidade. Conforme MITTAL; SAINI; SINHA (2016), a princípio verifica-se alguma absorção de energia para que haja a ruptura das ligações químicas. Após a formação dos produtos provenientes da degradação térmica, essa energia absorvida vai sendo liberada. Até os 200°C vestígios de compostos orgânicos e dióxido de carbono são liberados (ALOTAIBI et al., 2019). Confirmando a análise termogravimétrica (TGA) a liberação de energia (pico exotérmico) que gerou a maior parte da perda de massa da Caranã inicia-se a temperaturas acima de 250°C.

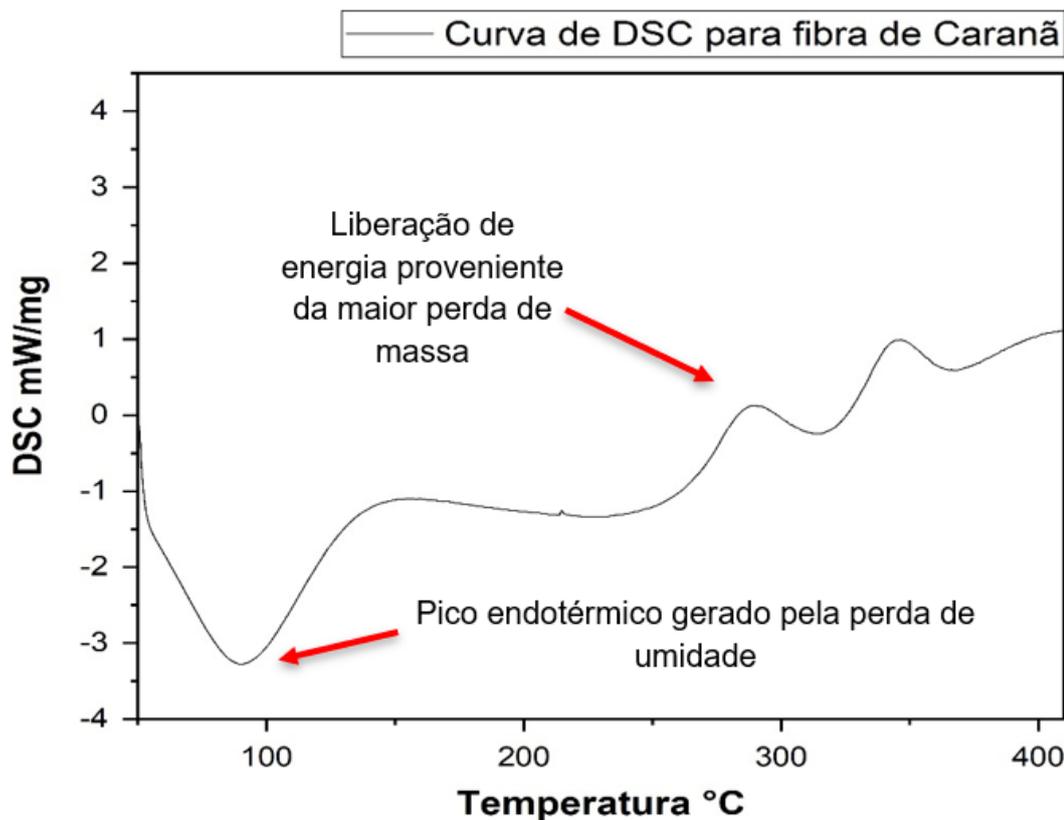


Figura 4.14 – Curva de DSC para fibra de caranã.

De acordo com a presença de dois picos exotérmicos para a decomposição da Caranã é atribuído à entalpia de formação dos produtos gasosos liberados durante a pirólise. Após essa liberação de energia é possível perceber a queda no fluxo de calor. Esse comportamento endotérmico pode estar ligado à degradação da celulose (370°C) uma vez que há um elevado gasto de energia para reações de despolimerização (MONTEIRO et al., 2011). O fluxo de calor se torna linear em temperaturas acima da de 370°C provavelmente devido à degradação térmica da lignina, cuja liberação de calor fica mais clara em temperaturas acima de 400°C (ALOTAIBI et al., 2019).

4.2 Caracterização dos compósitos

4.2.1 Ensaio de tração

Ensaio de tração foram realizados nos compósitos de epóxi-caranã. Na Figura 4.15 são apresentados os corpos de provas de cada composição rompidos após o ensaio.

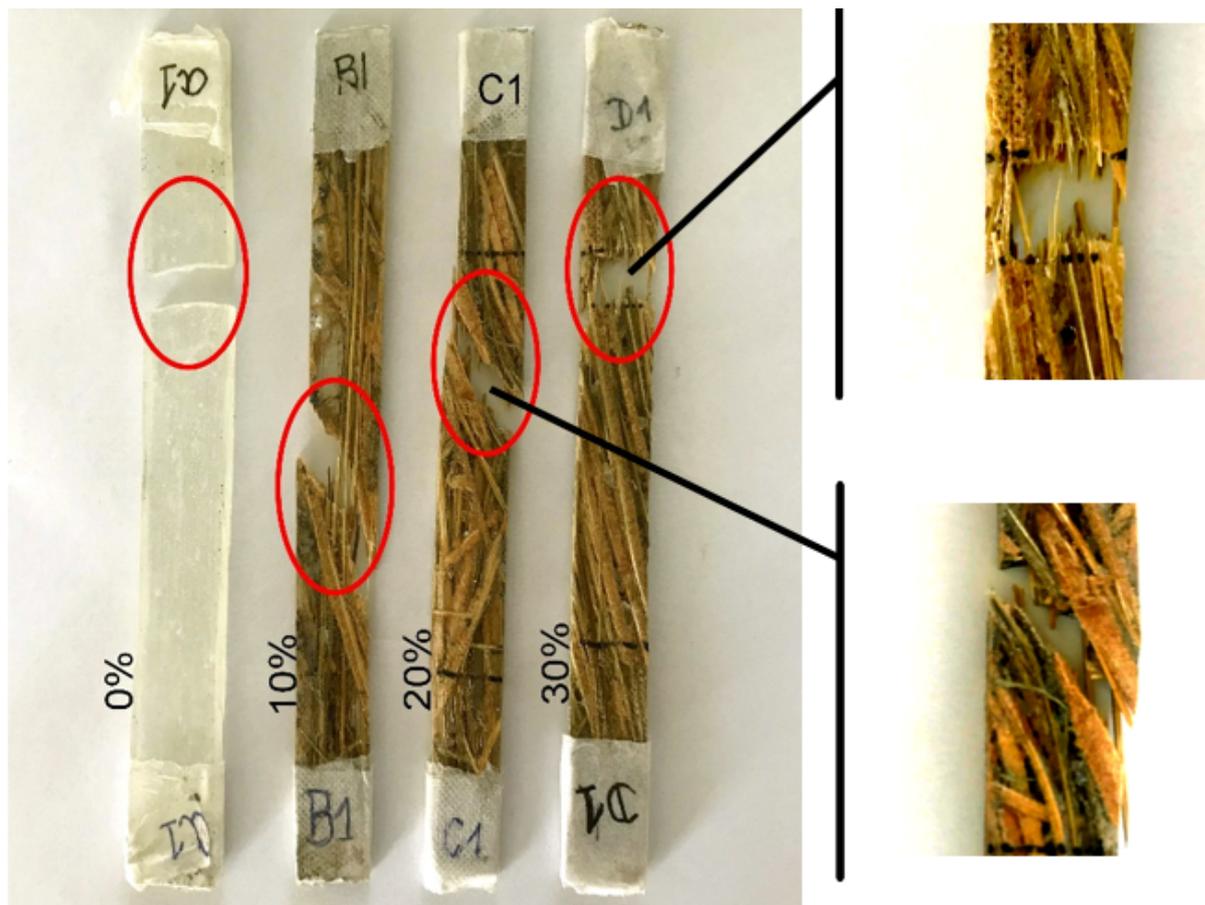


Figura 4.15 – Corpos de prova do compósito epóxi-caranã após o ensaio de tração.

Os valores de resistência à tração, módulo de elasticidade, deformação total e tenacidade foram calculados e listados na Tabela 4.8.

Tabela 4.8 – Resultados para ensaio de tração do compósito epóxi-caranã.

| Vol de fibras | σ (MPa) | E (GPa) | Deformação média (%) | K_{IC} |
|---------------|-------------------|---------|----------------------|----------|
| 0 | $50,00 \pm 6,44$ | 4,92 | 1,02 | 6,58 |
| 10 | $38,28 \pm 3,69$ | 5,73 | 0,66 | 1,96 |
| 20 | $91,73 \pm 5,97$ | 6,93 | 1,32 | 11,25 |
| 30 | $105,17 \pm 6,09$ | 7,44 | 1,41 | 15,41 |

Para os volumes de 20% e 30%, verificou-se que a resistência mecânica aumenta com o percentual de fibras confirmando a hipótese da fibra trabalhar como um reforço eficaz. Isso é consequência dos mecanismos de ruptura das fibras e do seu deslocamento na interface fibra-matriz. Todavia com a adição de 10% a fibra funcionou como uma carga de enchimento, ou seja, reduziu o valor da resistência à tração da matriz epóxi. Por outro lado, constata-se um aumento do módulo de elasticidade em torno de 16,5%. Para melhor visualização a Figura 4.16 mostra graficamente o crescimento da resistência mecânica com o percentual de fibras, para as amostras fabricadas a partir de placas compósitas.

É possível observar que a presença de fibras aumenta significativamente o módulo de elasticidade. Além de verificar que a incorporação de Caranã aumenta o alongamento máximo e, conseqüentemente, a deformação total dos compósitos. Isso pode estar associado ao comportamento das fibras, que são capazes de alongar tanto quanto a matriz de epóxi. Portanto, sua incorporação tende a aumentar a capacidade de alongamento do compósito.

Para confirmar o efeito de reforço proporcionado pelas fibras de caranã, os valores de tração obtidos para a resistência à tração de cada compósito, Tabela 4.8, foram analisados estatisticamente pelo método de Weibull. A Figura 4.17 mostra os parâmetros de localização versus a confiabilidade Weibull correspondente, como uma linha reta que ajusta os pontos na mesma faixa.

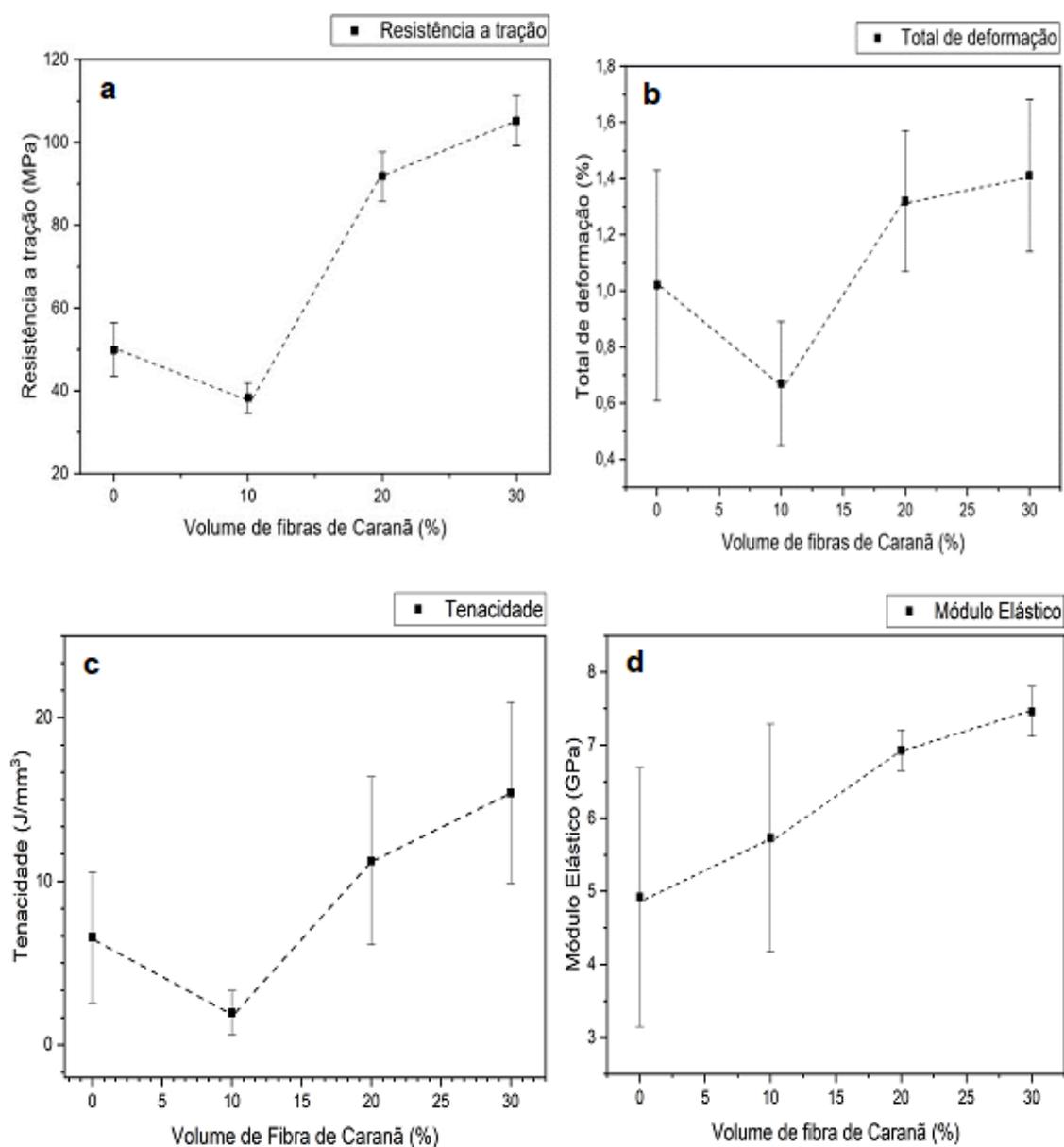


Figura 4.16 – Gráfico de variação de (a) resistência à tração (b) total de deformação (c) tenacidade (d) módulo elástico.

A Tabela 4.9 apresenta os valores dos parâmetros Weibull (β e R^2), bem como a tensão característica θ . Os valores de R^2 indicam que todos os resultados obtidos são estatisticamente confiáveis. Os valores de θ observados são semelhantes aos encontrados como limite da resistência à tração. Aqui é importante notar que o valor relativamente baixo do módulo Weibull é devido às características heterogêneas do processo biológico de formação de qualquer NLF (DEMOSTHENES et al., 2020), como a caranã no presente trabalho.

Tabela 4.9 – Parâmetros de Weibull para resistência à tração de compósitos epóxi reforçados com fibra de caranã.

| Vol de fibra (%) | R^2 | β | θ |
|------------------|--------|---------|----------|
| 0 | 0,8816 | 1,659 | 56,67 |
| 10 | 0,8460 | 3,280 | 42,95 |
| 20 | 0,8740 | 5,020 | 99,28 |
| 30 | 0,8405 | 5,588 | 113,5 |

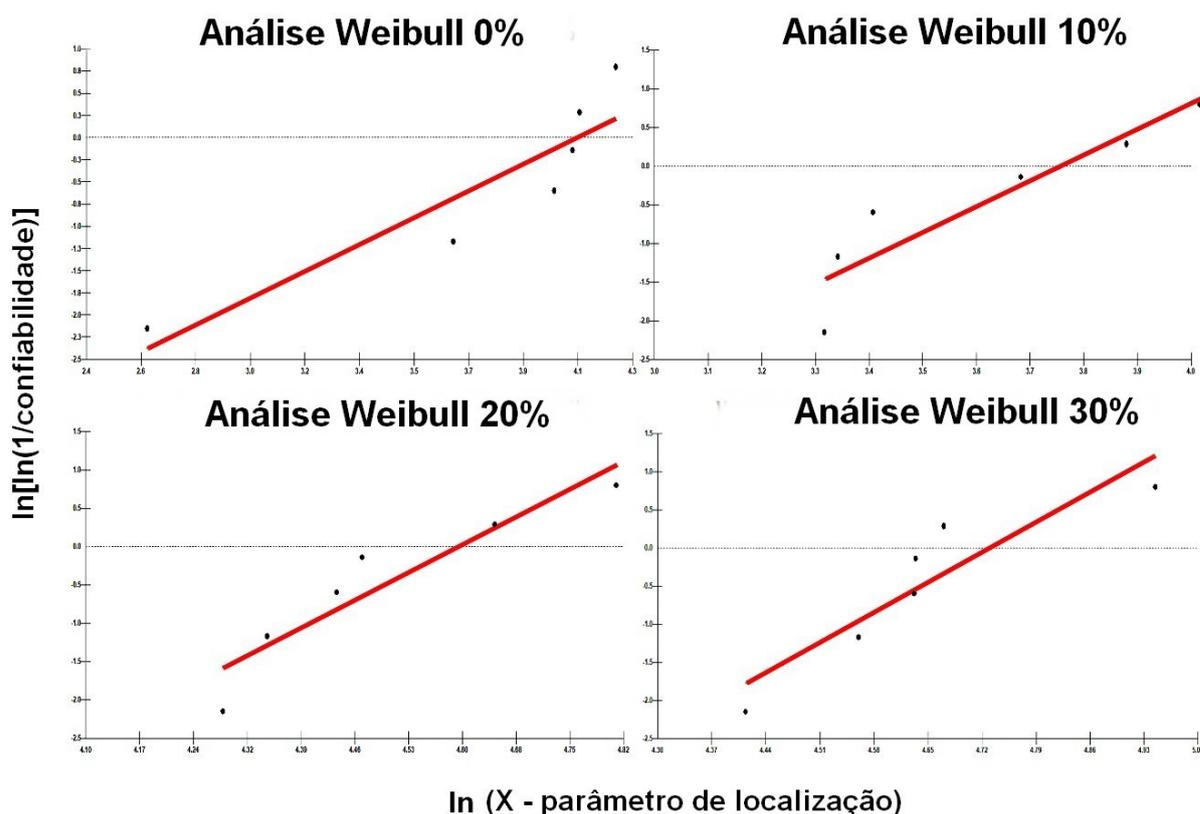


Figura 4.17 – Gráficos Weibull em tração para os diferentes compósitos reforçados com fibra de caranã.

Na Figura 4.18 (a) e (b) é percebido claramente um mecanismo de fratura frágil com padrão de "marcas rio" associado à propagação de fissuras (NASCIMENTO et al., 2018), tanto no corpo de prova com 100% epóxi quanto no compósito com 10% em volume de fibra. Estes mostram que não houve reforço eficaz com baixo percentual de fibras.

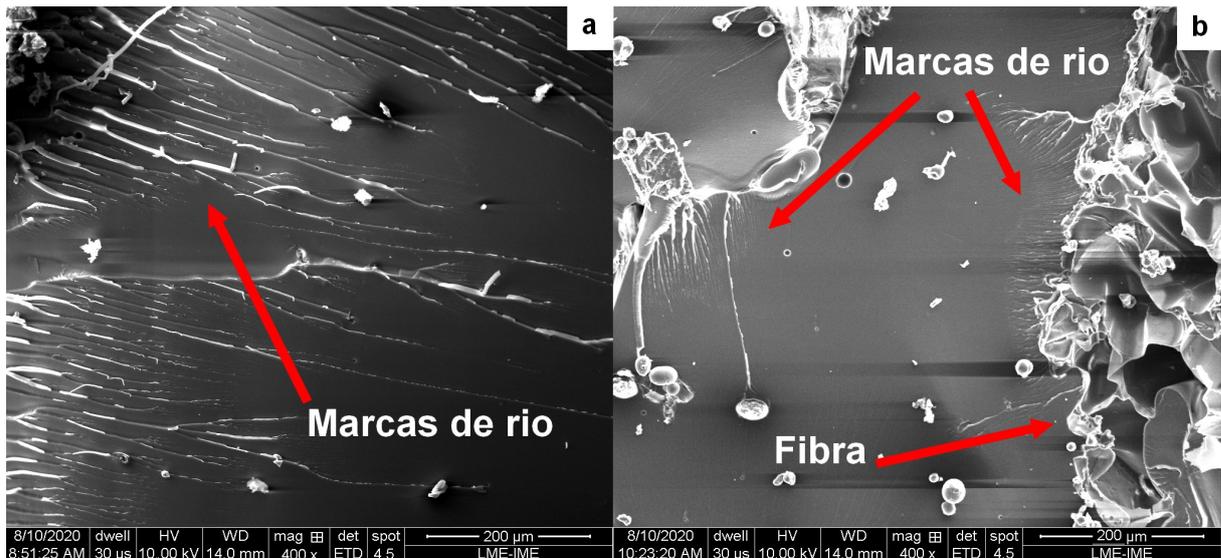


Figura 4.18 – Imagens de MEV (400x) para o ensaio de tração (a) resina epóxi pura (b) compósito de resina epóxi reforçado com 10% de fibra de caranã.

A incorporação de 10% em volume da fibra provou-se insuficiente para afetar o principal mecanismo de propagação de fissuras da matriz frágil. Ao contrário, compósitos reforçados com 20%, Figura 4.19 (a), e 30%, Figura 4.19 (b), indicaram uma maior retenção das fissuras pela fibra causando assim superfícies irregulares rompidas da resina epóxi. Apesar disso, ainda é possível visualizar "marcas de rio" mesmo em maiores frações de reforço.

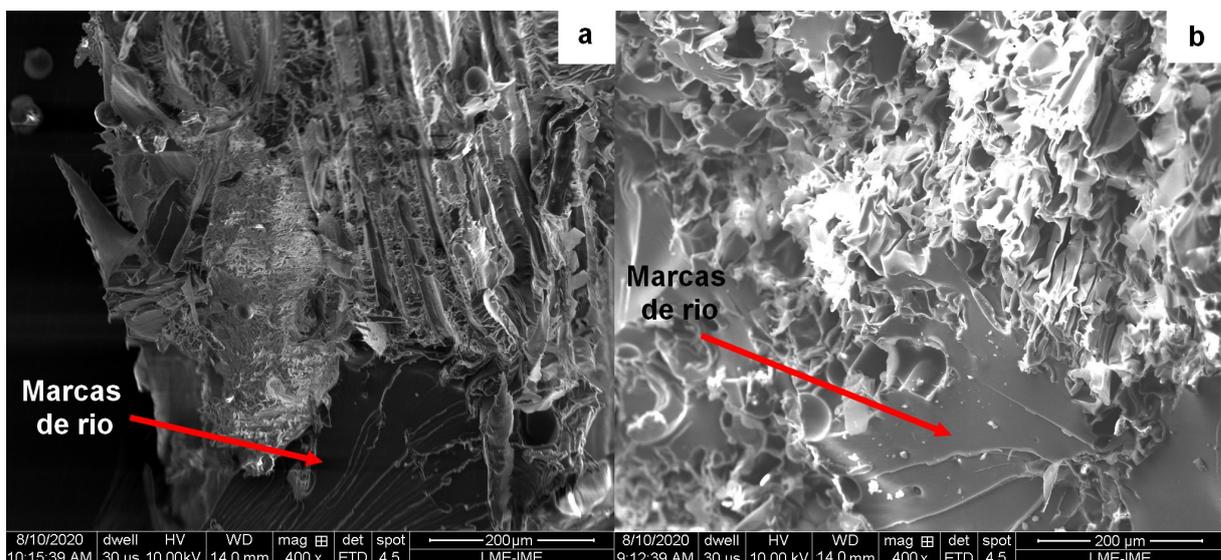


Figura 4.19 – Imagens de MEV (400x) para o ensaio de tração dos compósitos (a) 20% em volume (b) 30% em volume.

4.2.2 Ensaio de impacto izod

A tabela 4.10 mostra todos os resultados obtidos para o teste de impacto do tipo izod dos diferentes materiais compósitos e da resina epóxi pura.

Tabela 4.10 – Energia de impacto izod (J/m) para resina epóxi pura e seus compósitos reforçados com fibra de caranã.

| Amostra | Resina pura (J/m) | 10% vol (J/m) | 20% vol (J/m) | 30% vol (J/m) |
|---------|-------------------|---------------|---------------|----------------|
| 1 | 16,05 | 71,63 | 53,47 | 100,28 |
| 2 | 17,45 | 76,56 | 59,43 | 163,44 |
| 3 | 16,72 | 66,89 | 71,63 | 126,30 |
| 4 | 20,90 | 69,15 | 107,44 | 162,03 |
| 5 | 23,14 | 46,29 | 100,28 | 138,88 |
| 6 | 23,14 | 92,59 | 61,72 | 114,63 |
| 7 | 16,72 | 37,14 | 77,16 | 214,89 |
| 8 | 18,24 | 46,29 | 61,72 | 185,73 |
| 9 | 26,17 | 41,49 | 57,30 | 154,32 |
| 10 | 27,37 | 68,05 | 71,63 | 157,59 |
| Média | 20,59 ± 3,95 | 61,61 ± 16,98 | 72,18 ± 17,35 | 151,81 ± 32,04 |

Os valores encontrados são semelhantes a alguns já relatados na literatura (VIEIRA et al., 2018), (NEUBA et al., 2020). Os corpos de prova da resina pura e dos compósitos com 10% vol de fibra foram todos fraturados por completo como mostra a Figura 4.20, sendo assim validados pela norma.



Figura 4.20 – Corpos de prova fraturados após ensaio de impacto izod. (a) 0% (b) 10%.

As amostras de 20 e 30% em volume de fibra, Figura 4.21, apresentaram fratura incompleta. Entretanto, as fibras foram rompidas e sofreram pullout. Apesar da norma ASTM D256 invalidar o ensaio na ausência da fratura total há indícios de que a energia suportada pelo compósito seja igual ou maior do que registrado pelo pêndulo. Ou seja,

como não houve o rompimento completo a energia absorvida não foi suficiente para fraturar o compósito.



Figura 4.21 – Corpos de prova fraturados após ensaio de impacto izod. (a) 20% (b) 30%.

Para uma melhor visualização a Figura 4.22 mostra o gráfico da variação de energia de impacto absorvida.

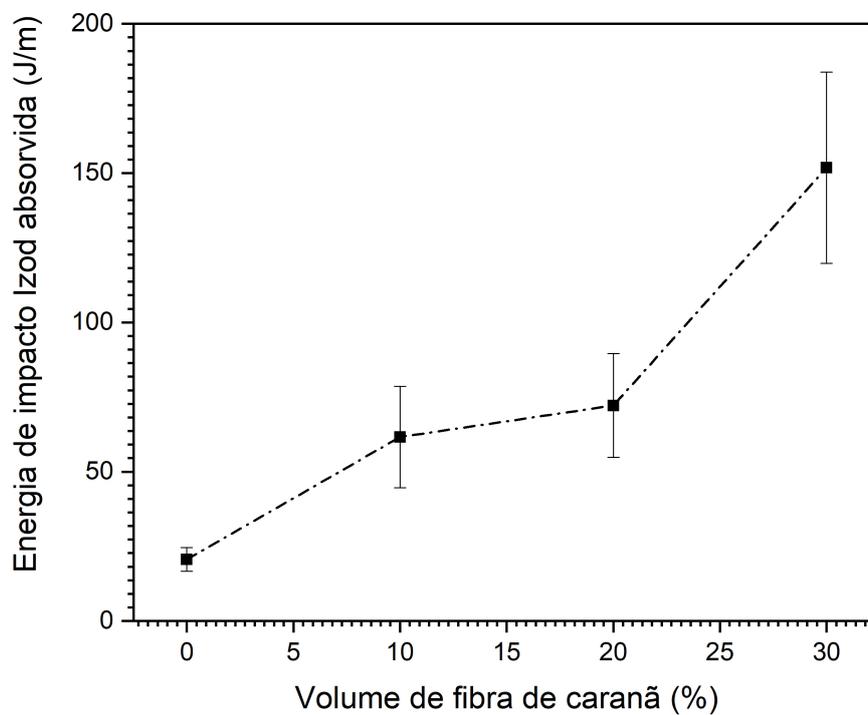


Figura 4.22 – Resultados do teste de impacto izod para as diferentes porcentagens de reforço.

Com o aumento da fração de fibra nota-se uma disposição ao aumento da energia de impacto, como já observado para outras FNLs (NASCIMENTO et al., 2017), (PEREIRA

et al., 2017). A alta dispersão dos valores dados pelas barras de erro associadas à fibra é uma característica também conhecida de fibra natural lignocelulósica uma vez que elas possuem uma grande heterogeneidade (VIEIRA et al., 2018).

Quando comparado a média de valores obtidas para a resina pura, o efeito da incorporação de 30% em volume de fibras de caranã como reforço em compósitos foi evidente, produzindo um aumento de 637,30%.

Uma análise estatística de ANOVA, Tabela 4.11, foi feita para comparar as médias obtidas e verificar se há uma diferença significativa de absorção de energia entre elas.

Tabela 4.11 – Resultados de ANOVA para o ensaio de impacto izod.

| C | 235498,28 | | | | |
|--------------------|-----------|-----------|----------|------------|---------------|
| Causas de Variação | GL | SQ | QM | F_{calc} | $F_{critico}$ |
| Tratamentos | 3 | 91461,77 | 30487,26 | 70,25 | 2,80 |
| Resíduo | 36 | 15623,43 | 433,98 | | |
| Total | 39 | 107085,20 | | | |

Sendo assim rejeita-se com um nível de confiança de 95% (ou nível de significância de 5%) a hipótese de que os tratamentos têm médias iguais, isso porque o F_{calc} foi muito maior que o $F_{critico}$ (tabelado).

4.2.3 Análise termogravimétrica (TGA)

A maior perda de massa (T_{onset}) ocorre nas temperaturas de 210,53°C, 272,56°C e 298,08°C, respectivamente para as frações volumétricas de 10, 20 e 30% de reforço, indicando que quanto maior a quantidade de fibras no compósito maior a sua estabilidade térmica. Essas perdas estão apresentadas na Tabela 4.12. A máxima taxa de perda de massa para os compósitos, associada a ruptura e degradação das cadeias poliméricas, apresenta-se na ordem de 309,42°C, 323,47°C e 334,18°C. Vale destacar que o início da degradação está próximo a 200°C, portanto, sendo tida como a temperatura máxima de trabalho para o compósito. Todavia em frações maiores de fibra como em 30% essa temperatura aproxima-se de 300°C.

Tabela 4.12 – Diferentes perdas de peso do compósito de acordo com seu volume.

| Volume de fibras | 0% | 10% | 20% | 30% |
|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|
| % Perda de H ₂ O | 1,65 | 4,54 | 4,34 | 4,49 |
| % maior perda de massa | 77,64 | 49,59 | 42,58 | 36,75 |

As Figuras 4.23, 4.24 e 4.25 mostram as curvas de análise termogravimétrica e suas derivadas de primeira ordem para as amostras de 10, 20 e 30% do compósito de epóxi + fibras de caranã. Devido a contribuição das FNLs, há nas curvas de DTG um pico de

perda de água encontrados a temperaturas abaixo de 100° (MONTEIRO et al., 2011). Nas curvas apresentadas acima podemos observar esses picos de 58,10°C, 49,63°C e 52,50°C respectivamente para as composições de 10, 20 e 30%. Em TGA verifica-se uma pequena perda de massa ($\approx 4\%$) associada a baixa umidade presente nas resinas epoxídicas.

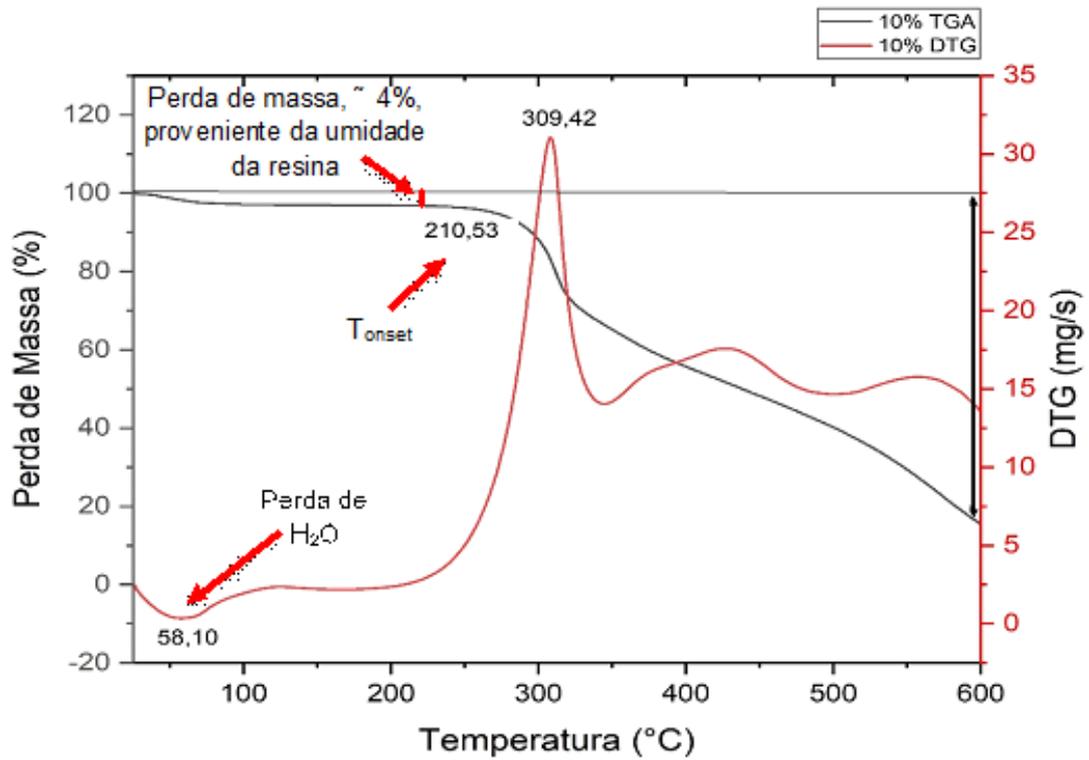


Figura 4.23 – Curvas de TGA/DTG para o compósito de epóxi reforçado com 10% de fibra caranã.

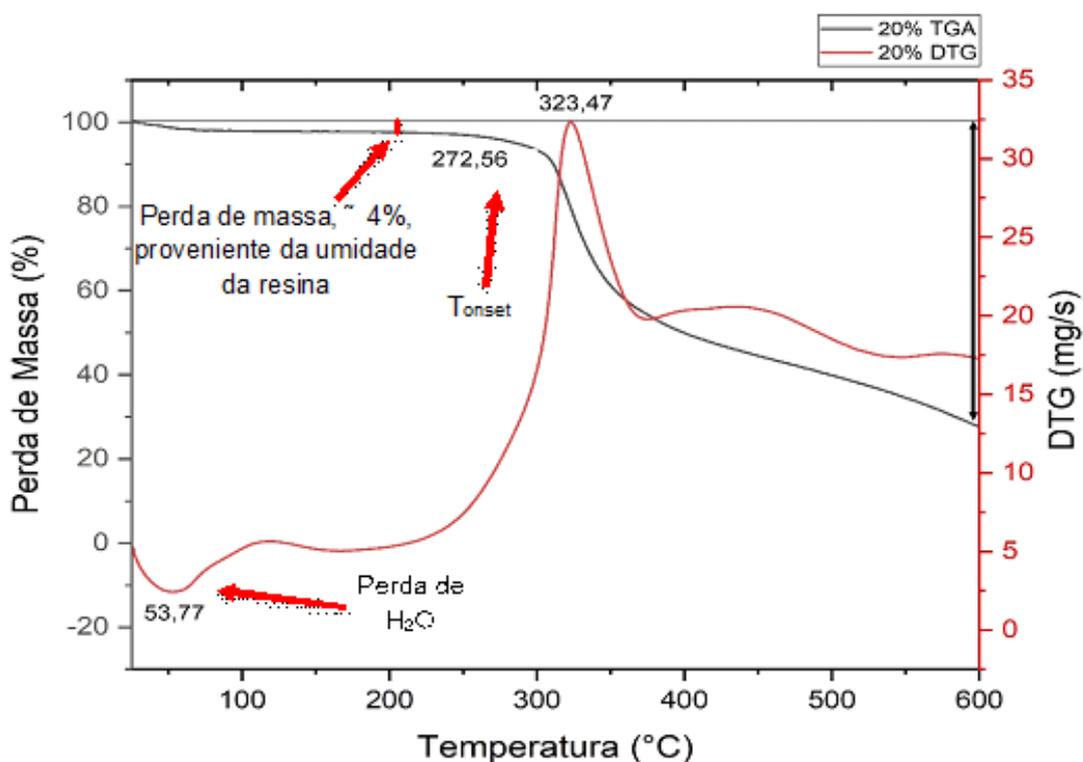


Figura 4.24 – Curvas de TGA/DTG para o compósito de epóxi reforçado com 20% de fibra caranã.

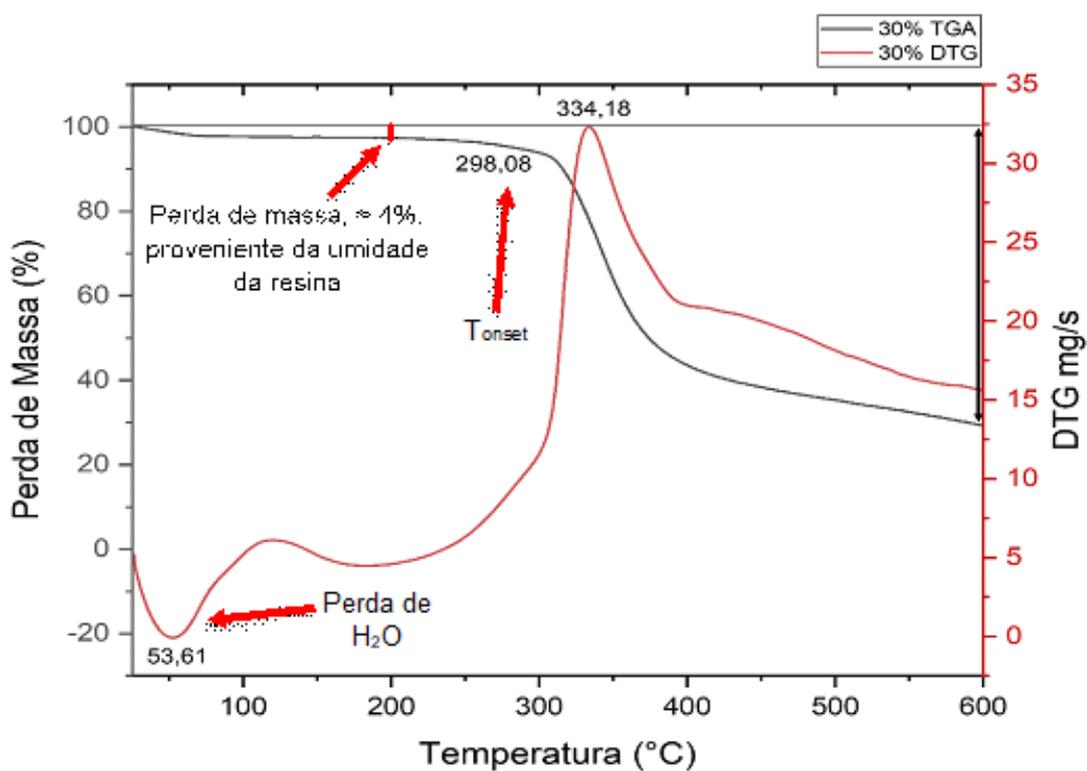


Figura 4.25 – Curvas de TGA/DTG para o compósito de epóxi reforçado com 30% de fibra caranã.

Dentre as reações de decomposição da celulose presente nas FNLs do compósito destaca-se as reações de despolimerização, termoxidação e desidratação. Em atmosfera não oxidativa, a desidratação ocorre por volta de 210 a 260°C, e a despolimerização com volatilização em temperaturas em torno de 310°C.

4.2.4 Análise por calorimetria diferencial de varredura (DSC)

A análise DSC, Figura 4.26, é uma das técnicas mais importantes utilizadas e disseminadas para a caracterização e identificação de polímeros (NASCIMENTO et al., 2019). A partir disso, foi possível determinar a temperatura de transição vítrea dos compósitos estudados neste trabalho.

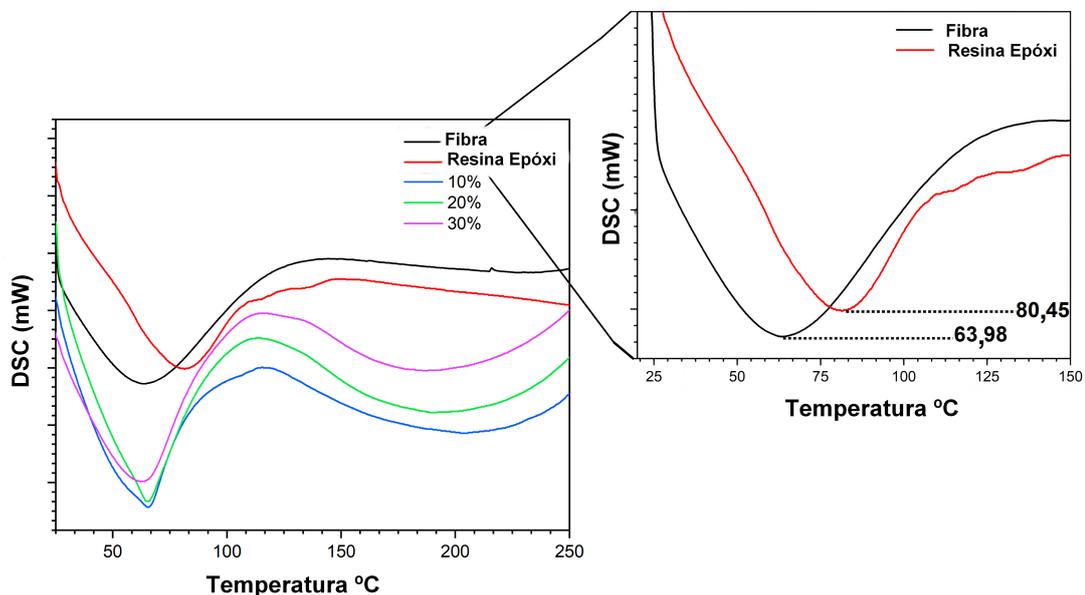


Figura 4.26 – Curvas de DSC da fibra de caranã, resina epóxi e seus compósitos.

A Tabela 4.13 mostra que a temperatura de transição vítrea (T_g) do epóxi é de cerca de 80°C, enquanto a da fibra é de cerca de 64°C. Sabe-se que a temperatura de transição vítrea de um polímero depende da mobilidade das cadeias macromoleculares da matriz polimérica ((OLIVEIRA et al., 2019); (SANJAY et al., 2018)). Nesse caso, o efeito reforçador das fibras de caranã facilita o movimento das cadeias poliméricas e, portanto, diminui a T_g do compósito.

Tabela 4.13 – Informações sobre a temperatura de transição vítrea (Tg) em diferentes condições.

| Condição | Tg (°C) |
|-----------------|---------|
| Fibra de Caranã | 63,98 |
| Resina Epóxi | 80,45 |
| 10% | 65,42 |
| 20% | 65,09 |
| 30% | 62,63 |

Dentro da faixa de temperatura estudada, as curvas não apresentaram nenhum evento relevante para esta análise, o que sugere que a temperatura de transição vítrea do compósito mudou devido à presença do reforço. Picos exotérmicos a cerca de 114°C estão relacionados a uma possível cura do material (REVANTH et al., 2020).

4.2.5 Velocidade residual

A fim de estimar o comportamento balístico do compósito de 30% em volume de fibra de caranã, um ensaio de energia residual em blindagem foi realizado. A Tabela 4.14 apresenta os valores de energia de absorção para cada um dos disparos realizados na placa.

Tabela 4.14 – Energia de absorção da amostra de compósito 30%vol de fibra.

| Disparos | Energia absorvida (J) |
|---------------|-----------------------|
| 1 | 54,32 |
| 2 | 56,44 |
| 3 | 41,61 |
| 4 | 42,03 |
| 5 | 37,21 |
| 6 | 53,61 |
| 7 | 52,75 |
| 8 | 57,29 |
| 9 | 33,49 |
| 10 | 53,11 |
| Média | 48,17 |
| Desvio Padrão | 8,25 |



Figura 4.27 – Amostra após o ensaio de velocidade residual.

Quando considerado o aspecto pós-impacto da placa, isto é, a integridade física do compósito, após os dez tiros, Figura 4.27, a amostra não fraturou. Critério de grande importância para a aplicação em proteção balística (MONTEIRO et al., 2018).

A Tabela 4.15 apresenta os valores médios da massa do compósito (m_c), massa do projétil (m_p), velocidade média de impacto (V_i), velocidade residual média (V_r) e a energia de absorção (E_{abs}) de cada composição (C30% - compósito reforçado com 30%vol de fibra).

Tabela 4.15 – Ensaio de energia de absorção.

| Amostra | m_p (g) | V_i (m/s) | V_r (m/s) | E_{abs} (J) | Qtd de tiros |
|-------------|-----------------|-------------------|--------------------|--------------------|--------------|
| Sem amostra | $3,29 \pm 0,07$ | $287,25 \pm 4,59$ | $286,18 \pm 4,00$ | $1,08 \pm 0,90$ | - |
| Epóxi | $3,35 \pm$ | $290,55 \pm 2,47$ | $140,82 \pm 34,05$ | $106,81 \pm 16,69$ | 3 |
| C30% | $3,34 \pm 0,03$ | $283,39 \pm 4,28$ | $226,56 \pm 10,91$ | $48,17 \pm 8,25$ | 10 |

Com base nos resultados obtidos, pode-se inferir que apesar da resina epóxi apresentar a maior energia de absorção ela não resistiu a um número expressivo de tiros, sofrendo rapidamente uma fratura. Para aplicação em blindagem balística isso é um aspecto negativo porque a integridade da placa é um dos critérios de avaliação para uma

efetiva proteção. A maior valor de E_{abs} observado para a epóxi pode estar associado a fragilidade da mesma, que tende a dissipar energia pela geração de superfícies fraturadas. Isso pode ser considerado um indicativo de que o reforço da fibra não foi realizado de maneira eficaz ou com a quantidade certa (FILHO et al., 2020b).

Alguns resultados de velocidade limite para ensaios de tiro de calibre .22 pol encontrados na literatura para compósitos reforçados com FNLs são listados na Tabela 4.16 para comparação. Vale ressaltar que esses resultados foram encontrados para disparos com um aparato de ar comprimido e não com uma arma de fogo.

| Compósito | VL (m/s) | Literatura |
|-----------------------|----------|--------------------|
| Epóxi-Caranã (30%vol) | 186,0 | Presente Trabalho |
| Epóxi-Tucum (20%vol) | 224,49 | (LUZ et al., 2019) |
| Epóxi-Tucum (40%vol) | 204,37 | (LUZ et al., 2019) |

Tabela 4.16 – Valores de velocidade limite do presente trabalho e de outros autores.

Análise estatística de Weibull, Tabela 4.17, também foi realizada para determinar as características e tendências de confiabilidade das amostras ensaiadas. Para melhor visualização, a Figura 4.28, apresenta o gráfico dessa análise estatística. É possível verificar que os pontos não se distanciam da reta de ajuste justificando o alto valor de R^2 , acima de 0,9. Além disso, vale destacar que o valor característico (θ) é semelhante a média encontrada para E_{abs} do compósito.

Tabela 4.17 – Distribuição de Weibull para energia absorvida do compósito epóxi-caranã 30%vol.

| Amostra | θ | β | R^2 |
|--------------|----------|---------|--------|
| Epóxi-Caranã | 52,12 | 5,538 | 0,9185 |

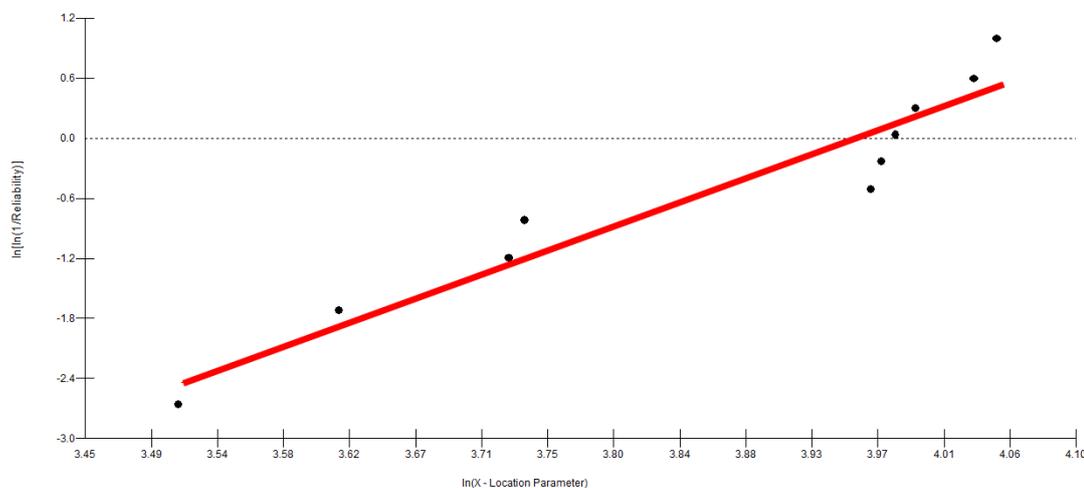


Figura 4.28 – Gráfico de Weibull para energia absorvida no ensaio de velocidade residual.

Os resultados desse tratamento estatístico representam uma boa confiabilidade dos resultados obtidos, mostrando uma característica homogênea das amostras de forma individual. ,

5 CONCLUSÕES

1. Análises de diâmetro fibra de Caranã resultaram num diâmetro equivalente de $0,79\mu\text{m}$.
2. A densidade média encontrada para as fibras de Caranã foi de $0,66\text{ g/cm}^3$.
3. Resultados de composição química da fibra de caranã revelaram teores médios de 54,0 % de celulose, 14,62 % de hemicelulose, 35,82 % de lignina, 3,81 % de extrativos e 8,40 % de cinzas.
4. Com a análise das propriedades de tração dos diferentes diâmetros da fibra de caranã obteve-se uma resistência média de 52,95 Mpa. Em relação aos compósitos epoxídicos da fibra os melhores valores de resistência à tração, módulo de elasticidade, deformação total e tenacidade foram em relação as amostras de 30% de volume com valores respectivamente de: 105,2 Mpa, 7,4 Gpa, 1,4% e $15,4\text{ J/mm}^3$.
5. O ângulo microfibrilar de aproximadamente $7,7^\circ$ foi encontrado através do ensaio de DRX. Esse resultado está diretamente relacionado com a boa resistência à tração encontrada, como esperado nas FNLs.
6. Os resultados da caracterização térmica mostram que a temperatura máxima de trabalho da fibra e do compósito é de 200°C . Além disso, a estabilidade térmica dos compósitos está diretamente relacionada à quantidade de fibras adicionadas como reforço. O teste DSC possibilitou, pela primeira vez, determinar a temperatura de transição vítrea (T_g) de compósitos epóxi reforçados com fibra de caranã a $62\text{-}65^\circ\text{C}$.
7. Em comparação com a amostra de epóxi puro, os compósitos exibem um aumento significativo da energia de impacto quando reforçado com fibras de caranã. O melhor resultado foi obtido incorporando 30% em volume de fibras, produzindo um aumento de 637,30%.
8. A compósito de epóxi reforçado com 30% em volume de fibra de caranã apresentou excelente resultado em termos de integridade da placa após o ensaio de velocidade residual. A velocidade limite de $186,0\text{ m/s}$ se assemelhou a trabalhos já realizados na literatura com compósitos poliméricos reforçados com FNLs.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar ensaios balísticos de velocidade residual e plastilina com as frações em volumes não testadas: 10 e 20%. Além disso, avaliar o comportamento balístico multicamada a nível III.
- Investigar e comparar os resultados obtidos para proteção balística utilizando outra matriz polimérica, como por exemplo, o poliéster.
- Verificar outras frações de fibra de caranã como reforço (40, 50 e 60%). Dessa forma definir uma porcentagem máxima segura onde acima desta as propriedades tendem a diminuir.
- Avaliar o tempo de vida útil desses compósitos por meio de degradação por radiação ultravioleta e intemperismo.

REFERÊNCIAS

- ABNT-NBR. 15000 - 2005. *Blindagens para impactos balísticos-Classificação e critérios de avaliação*, 2005.
- AGUSTIN-SALAZAR, S.; CERRUTI, P.; MEDINA-JUÁREZ, L. Á.; SCARINZI, G.; MALINCONICO, M.; SOTO-VALDEZ, H.; GAMEZ-MEZA, N. Lignin and holocellulose from pecan nutshell as reinforcing fillers in poly (lactic acid) biocomposites. *International journal of biological macromolecules*, Elsevier, v. 115, p. 727–736, 2018.
- ALI, A.; ADAWIYAH, R.; RASSIAH, K.; NG, W. K.; ARIFIN, F.; OTHMAN, F.; HAZIN, M. S.; FAIDZI, M.; ABDULLAH, M.; AHMAD, M. M. Ballistic impact properties of woven bamboo-woven e-glass-unsaturated polyester hybrid composites. *Defence Technology*, Elsevier, v. 15, n. 3, p. 282–294, 2019.
- ALI, A.; SHAKER, K.; NAWAB, Y.; JABBAR, M.; HUSSAIN, T.; MILITKY, J.; BAHETI, V. Hydrophobic treatment of natural fibers and their composites—a review. *Journal of Industrial Textiles*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 47, n. 8, p. 2153–2183, 2018.
- ALOTAIBI, M. D.; ALSHAMMARI, B. A.; SABA, N.; ALOTHMAN, O. Y.; SANJAY, M.; ALMUTAIRI, Z.; JAWAID, M. Characterization of natural fiber obtained from different parts of date palm tree (phoenix dactylifera l.). *International journal of biological macromolecules*, Elsevier, v. 135, p. 69–76, 2019.
- ASTM-D1106. *Standard Test Method for Acid-Insoluble Lignin in Wood*. 2007.
- ASTM-D1348. *Standard Test Methods for Moisture in Cellulose*. 2008.
- ASTM-D2101. *Standard Test Method for Tensile Properties of Single Man-Made Textile Fibers Taken from Yarns and Tows*. 1995.
- ASTM-D256. *Standard Test Method for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics*. 2018.
- ASTM-D3039. *Standard Test Method for Tensile Properties of Polymers Matrix Composite Materials*. 1995.
- ASTM-E1131. *Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry*. 2014.
- BABU, B. G.; WINSTON, D. P.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; SARAVANAKUMAR, S.; SANJAY, M. Study on characterization and physicochemical properties of new natural fiber from phaseolus vulgaris. *Journal of Natural Fibers*, Taylor & Francis, v. 16, n. 7, p. 1035–1042, 2019.
- BASKARAN, P.; KATHIRESAN, M.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; SARAVANAKUMAR, S. Characterization of new natural cellulosic fiber from the bark of dichrostachys cinerea. *Journal of Natural Fibers*, Taylor & Francis, v. 15, n. 1, p. 62–68, 2018.

BRAGA, F. de O.; MILANEZI, T. L.; MONTEIRO, S. N.; LOURO, L. H. L.; GOMES, A. V.; LIMA, É. P. Ballistic comparison between epoxy-ramie and epoxy-aramid composites in multilayered armor systems. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier BV, v. 7, n. 4, p. 541–549, out. 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.06.018>>.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. 9. ed. [S.l.]: LTC, 2016.

CAMPOS, L. J. C. Plantas vasculares del parque nacional mochima, estados anzoátegui y sucre, venezuela. *Ernstia*, : Universidad Central de Venezuela, v. 18, n. 2, p. 107–164, 2008.

CANEVAROLO; SEBASTIÃO. *Ciência dos polímeros*. 3. ed. [S.l.]: Artiliber editora, São Paulo, 2002. 110–115 p.

CHINNASAMY, V.; SUBRAMANI, S. P.; PALANIAPPAN, S. K.; MYLSAMY, B.; ARUCHAMY, K. Characterization on thermal properties of glass fiber and kevlar fiber with modified epoxy hybrid composites. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier BV, v. 9, n. 3, p. 3158–3167, maio 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.01.061>>.

CLYNE, T.; HULL, D. *An introduction to composite materials*. [S.l.]: Cambridge university press, 2019.

COSTA, U. O.; NASCIMENTO, L. F. C.; GARCIA, J. M.; MONTEIRO, S. N.; LUZ, F. S. d.; PINHEIRO, W. A.; FILHO, F. d. C. G. Effect of graphene oxide coating on natural fiber composite for multilayered ballistic armor. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 11, n. 8, p. 1356, 2019.

COSTA, U. O.; NASCIMENTO, L. F. C.; GARCIA, J. M.; BEZERRA, W. B. A.; MONTEIRO, S. N. Evaluation of izod impact and bend properties of epoxy composites reinforced with mallow fibers. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 9, n. 1, p. 373–382, 2020.

DEMOSTHENES, L. C. d. C.; NASCIMENTO, L. F. C.; MONTEIRO, S. N.; COSTA, U. O.; FILHO, F. da C. G.; LUZ, F. S. da; OLIVEIRA, M. S.; RAMOS, F. J. H. T. V.; PEREIRA, A. C.; BRAGA, F. O. Thermal and structural characterization of buriti fibers and their relevance in fabric reinforced composites. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 9, n. 1, p. 115–123, 2020.

FERDOSIAN, F.; YUAN, Z.; ANDERSON, M.; XU, C. C. Synthesis and characterization of hydrolysis lignin-based epoxy resins. *Industrial Crops and Products*, Elsevier, v. 91, p. 295–301, 2016.

FILHO, F. d. C. G.; LUZ, F. S. d.; NASCIMENTO, L. F. C.; SATYANARAYANA, K. G.; DRELICH, J. W.; MONTEIRO, S. N. Mechanical properties of boehmeria nivea natural fabric reinforced epoxy matrix composite prepared by vacuum-assisted resin infusion molding. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 12, n. 6, p. 1311, 2020.

- FILHO, F. D. C. G.; OLIVEIRA, M. S.; PEREIRA, A. C.; NASCIMENTO, L. F. C.; MATHEUS, J. R. G.; MONTEIRO, S. N. Ballistic behavior of epoxy matrix composites reinforced with piassava fiber against high energy ammunition. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier BV, v. 9, n. 2, p. 1734–1741, mar. 2020.
- FILHO, F. da C. G.; LUZ, F. S. da; OLIVEIRA, M. S.; PEREIRA, A. C.; COSTA, U. O.; MONTEIRO, S. N. Thermal behavior of graphene oxide-coated piassava fiber and their epoxy composites. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, 2020.
- FUNK, V. A.; BERRY, P.; ALEXANDER, S.; HOLLOWELL, T.; KELLOFF, C. *Checklist of the plants of the Guiana Shield (Venezuela: Amazonas, Bolívar, Delta Amacuro; Guyana, Surinam, French Guiana)*. [S.l.]: Citeseer, 2007.
- GHOLAMPOUR, A.; OZBAKKALOGLU, T. A review of natural fiber composites: Properties, modification and processing techniques, characterization, applications. *Journal of Materials Science*, Springer, p. 1–64, 2020.
- GÜVEN, O.; MONTEIRO, S. N.; MOURA, E. A.; DRELICH, J. W. Reemerging field of lignocellulosic fiber polymer composites and ionizing radiation technology in their formulation. *Polymer Reviews*, Taylor & Francis, v. 56, n. 4, p. 702–736, 2016.
- HAMAD, S. F.; STEHLING, N.; HOLLAND, C.; FOREMAN, J.; RODENBURG, C. Low-voltage SEM of natural plant fibers: Microstructure properties (surface and cross-section) and their link to the tensile properties. *Procedia Engineering*, Elsevier BV, v. 200, p. 295–302, 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.07.042>>.
- HASSAN, T.; JAMSHAD, H.; MISHRA, R.; KHAN, M. Q.; PETRU, M.; NOVAK, J.; CHOTEBORSKY, R.; HROMASOVA, M. Acoustic, mechanical and thermal properties of green composites reinforced with natural fibers waste. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 12, n. 3, p. 654, 2020.
- HENDERSON, H. Bromeliaceae. *Flora of the Venezuelan Guayana*, Missouri Botanical Garden Press St. Louis, v. 3, p. 548–676, 1997.
- HIURA, A. L.; ROCHA, A. E. S. d. Flora of the canga of serra dos carajás, Pará, Brazil: Arecaceae. *Rodriguésia*, SciELO Brasil, v. 69, n. 1, p. 41–48, 2018.
- HSISSOU, R.; BEKHTA, A.; ELHARFI, A. Synthesis and characterization of a new epoxy resin homologous of dgeba: diglycidyl bis disulfide carbon ether of bisphenol a. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, v. 53, n. 3, p. 414–421, 2018.
- IMOISILI, P. E.; UKOBA, K.; JEN, T.-C. Physical, mechanical and thermal properties of high frequency microwave treated plantain (musa paradisiaca) fibre/mwcnt hybrid epoxy nanocomposites. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, 2020.
- INAMURA, P. Y.; KRAIDE, F. H.; ARMELIN, M. J.; SCAPIN, M. A.; MOURA, E. A.; MASTRO, N. Characterization of Brazil nut fibers. In: *Natural Fibres: Advances in Science and Technology Towards Industrial Applications*. [S.l.]: Springer, 2016. p. 71–85.
- IZWAN, S. M.; SAPUAN, S.; ZUHRI, M.; MOHAMED, A. Effects of benzoyl treatment on NaOH treated sugar palm fiber: Tensile, thermal, and morphological properties. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, 2020.

- KALIA, S.; KAITH, B.; KAUR, I. *Cellulose fibers: bio-and nano-polymer composites: green chemistry and technology*. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2011.
- KELLY, A.; TYSON, a. W. Tensile properties of fibre-reinforced metals: copper/tungsten and copper/molybdenum. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Elsevier, v. 13, n. 6, p. 329–350, 1965.
- LAU, K.-t.; HUNG, P.-y.; ZHU, M.-H.; HUI, D. Properties of natural fibre composites for structural engineering applications. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 136, p. 222–233, 2018.
- LEITMAN, P.; HENDERSON, A.; NOBLICK, L.; MARTINS, R.; SOARES, K. *ARECACEAE in Lista de Espécies da Flora do Brasil. Jardim Botânico do Rio de Janeiro. Publicado em Flora do Brasil*. 2018.
- LORENZI, H. J. *Flora brasileira: 'Arecaceae' (palmeiras)*. [S.l.]: Instituto Plantarum, 2010.
- LUZ, F. S. da; CANDIDO, V. S.; SILVA, A. C. R. D.; MONTEIRO, S. N. Thermal behavior of polyester composites reinforced with green sugarcane bagasse fiber. *JOM*, Springer, v. 70, n. 10, p. 1965–1971, 2018.
- LUZ, F. S. da; FILHO, F. da C. G.; DEMOSTHENES, L. C. da C.; OLIVEIRA, M. S.; COSTA, U. O.; BEZERRA, W. B. A.; PEREIRA, A. C.; MONTEIRO, S. N. Avaliação da absorção de energia do compósito de matriz epóxi reforçada com fibra de tucum por meio de impacto izod e impacto balístico de munição .22. In: *ABM Proceedings*. Editora Blucher, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.5151/2594-5327-33444>>.
- LUZ, F. S. da; FILHO, F. da C. G.; RÍO, M. T. G. del; NASCIMENTO, L. F. C.; PINHEIRO, W. A.; MONTEIRO, S. N. Graphene-incorporated natural fiber polymer composites: A first overview. *Polymers*, MDPI AG, v. 12, n. 7, p. 1601, jul. 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/polym12071601>>.
- LUZ, F. S. da; PACIORNIK, S.; MONTEIRO, S. N.; SILVA, L. C. da; TOMMASINI, F. J.; CANDIDO, V. S. Porosity assessment for different diameters of coir lignocellulosic fibers. *JOM*, Springer Science and Business Media LLC, v. 69, n. 10, p. 2045–2051, ago. 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s11837-017-2528-y>>.
- LUZ, F. S. da; RAMOS, F. J. H. T. V.; NASCIMENTO, L. F. C.; FIGUEIREDO, A. B.-H. da S.; MONTEIRO, S. N. Critical length and interfacial strength of PALF and coir fiber incorporated in epoxy resin matrix. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 7, n. 4, p. 528–534, out. 2018.
- MAHESHWARAN, M.; HYNES, N. R. J.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; SARAVANAKUMAR, S.; SANJAY, M. Characterization of natural cellulosic fiber from epipremnum aureum stem. *Journal of Natural Fibers*, Taylor & Francis, v. 15, n. 6, p. 789–798, 2018.
- MANAIA, J. P.; MANAIA, A. T.; RODRIGES, L. Industrial hemp fibers: An overview. *Fibers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 7, n. 12, p. 106, 2019.
- MANIMARAN, P.; SARAVANAN, S.; SANJAY, M.; SIENGCHIN, S.; JAWAID, M.; KHAN, A. Characterization of new cellulosic fiber: *Dracaena reflexa* as a reinforcement for polymer composite structures. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier BV, v. 8, n. 2, p. 1952–1963, abr. 2019.

- MARTÍNEZ-SANZ, M.; PETTOLINO, F.; FLANAGAN, B.; GIDLEY, M. J.; GILBERT, E. P. Structure of cellulose microfibrils in mature cotton fibres. *Carbohydrate polymers*, Elsevier, v. 175, p. 450–463, 2017.
- MASOUD, F.; SAPUAN, S.; ARIFFIN, M. K. A. M.; NUKMAN, Y.; BAYRAKTAR, E. Cutting processes of natural fiber-reinforced polymer composites. *Polymers*, MDPI AG, v. 12, n. 6, p. 1332, jun. 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/polym12061332>>.
- MEYERS, M. A. *Dynamic behavior of materials*. [S.l.]: John Wiley e Sons, 1994.
- MITTAL, V.; SAINI, R.; SINHA, S. Natural fiber-mediated epoxy composites—a review. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 99, p. 425–435, 2016.
- MONTEIRO, S. N.; ASSIS, F. S. d.; FERREIRA, C. L.; SIMONASSI, N. T.; WEBER, R. P.; OLIVEIRA, M. S.; COLORADO, H. A.; PEREIRA, A. C. Figue fabric: a promising reinforcement for polymer composites. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 10, n. 3, p. 246, 2018.
- MONTEIRO, S. N.; BRAGA, F. de O.; LIMA, E. P.; LOURO, L. H. L.; DRELICH, J. W. Promising curaua fiber-reinforced polyester composite for high-impact ballistic multilayered armor. *Polymer Engineering & Science*, Wiley Online Library, v. 57, n. 9, p. 947–954, 2017.
- MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; BARBOSA, A. P.; BEVITORI, A. B.; SILVA, I. L. A. D.; COSTA, L. L. D. Natural lignocellulosic fibers as engineering materials—an overview. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Springer, v. 42, n. 10, p. 2963–2974, 2011.
- MONTEIRO, S. N.; MARGEM, F. M.; BRAGA, F. de O.; LUZ, F. S. da; SIMONASSI, N. T. Weibull analysis of the tensile strength dependence with fiber diameter of giant bamboo. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 6, n. 4, p. 317–322, 2017.
- MONTEIRO, S. N.; MARGEM, F. M.; MARGEM, J. I.; MARTINS, L. B. de S.; OLIVEIRA, C. G.; OLIVEIRA, M. P. Infra-red spectroscopy analysis of malva fibers. In: TRANS TECH PUBL. *Materials Science Forum*. [S.l.], 2014. v. 775, p. 255–260.
- MORYE, S.; HINE, P.; DUCKETT, R.; CARR, D.; WARD, I. Modelling of the energy absorption by polymer composites upon ballistic impact. *Composites science and technology*, Elsevier, v. 60, n. 14, p. 2631–2642, 2000.
- NASCIMENTO, L. F. C.; LOURO, L. H. L.; MONTEIRO, S. N.; LIMA, É. P.; LUZ, F. S. da. Mallow fiber-reinforced epoxy composites in multilayered armor for personal ballistic protection. *JOM*, Springer Science and Business Media LLC, v. 69, n. 10, p. 2052–2056, ago. 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s11837-017-2495-3>>.
- NASCIMENTO, L. F. C.; LUZ, F. S. da; COSTA, U. O.; BRAGA, F. de O.; JÚNIOR, É. P. L.; MONTEIRO, S. N. Curing kinetic parameters of epoxy composite reinforced with mallow fibers. *Materials*, MDPI AG, v. 12, n. 23, p. 3939, nov. 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/ma12233939>>.

- NASCIMENTO, L. F. C.; MONTEIRO, S. N.; LOURO, L. H. L.; LUZ, F. S. da; SANTOS, J. L. dos; BRAGA, F. de O.; MARÇAL, R. L. S. B. Charpy impact test of epoxy composites reinforced with untreated and mercerized mallow fibers. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier BV, v. 7, n. 4, p. 520–527, out. 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.03.008>>.
- NETTO, P. A.; ALTOÉ, G. R.; MARGEM, F. M.; BRAGA, F. de O.; MONTEIRO, S. N.; MARGEM, J. I. Correlation between the density and the diameter of fique fibers. In: TRANS TECH PUBL. *Materials Science Forum*. [S.l.], 2016. v. 869, p. 377–383.
- NEUBA, L. de M.; JUNIO, R. F. P.; RIBEIRO, M. P.; SOUZA, A. T.; LIMA, E. de S.; FILHO, F. da C. G.; FIGUEIREDO, A. B.-H. da S.; BRAGA, F. de O.; AZEVEDO, A. R. G. de; MONTEIRO, S. N. Promising mechanical, thermal, and ballistic properties of novel epoxy composites reinforced with cyperus malaccensis sedge fiber. *Polymers*, MDPI AG, v. 12, n. 8, p. 1776, ago. 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/polym12081776>>.
- NEVES, A. C. C.; ROHEN, L. A.; MANTOVANI, D. P.; CARVALHO, J. P.; VIEIRA, C. M. F.; LOPES, F. P.; SIMONASSI, N. T.; LUZ, F. S. da; MONTEIRO, S. N. Comparative mechanical properties between biocomposites of epoxy and polyester matrices reinforced by hemp fiber. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 9, n. 2, p. 1296–1304, mar. 2020.
- NIJ. *Ballistic Resistance of Body Armor Standard-0101.06. July 2008*. 2008.
- OLIVEIRA, M. S.; FILHO, F. da C. G.; LUZ, F. S. da; PEREIRA, A. C.; DEMOSTHENES, L. C. da C.; NASCIMENTO, L. F. C.; LOPERA, H. A. C.; MONTEIRO, S. N. Statistical analysis of notch toughness of epoxy matrix composites reinforced with fique fabric. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier BV, v. 8, n. 6, p. 6051–6057, nov. 2019.
- ORNAGHI, H. L.; MORAES, Á. G. D. O.; POLETTO MATHEUSD ZATTERA, A. J.; AMICO, S. C. Chemical composition, tensile properties and structural characterization of buriti fiber. *Cellulose Chemistry and Technology*, v. 50, p. 15–22, 2016.
- OZGUL, E. O.; OZKUL, M. H. Effects of epoxy, hardener, and diluent types on the workability of epoxy mixtures. *Construction and Building Materials*, Elsevier, v. 158, p. 369–377, 2018.
- PENNAS, L. G. A.; CATTANI, I. M.; LEONARDI, B.; ABDEL-FATTAH, M. S.; MIDANI, M.; MONTEIRO, A.; BARUQUE-RAMOS, J. Textile palm fibers from amazon biome. In: *Mater Res Proc*. [S.l.: s.n.], 2019. v. 11, p. 262–274.
- PEREIRA, A. C.; ASSIS, F. S. de; FILHO, F. da C. G.; OLIVEIRA, M. S.; DEMOSTHENES, L. C. da C.; LOPERA, H. A. C.; MONTEIRO, S. N. Ballistic performance of multilayered armor with intermediate polyester composite reinforced with fique natural fabric and fibers. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier BV, v. 8, n. 5, p. 4221–4226, set. 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.07.031>>.
- PEREIRA, A. C.; ASSIS, F. S. de; FILHO, F. da C. G.; OLIVEIRA, M. S.; LIMA, E. S.; LOPERA, H. A. C.; MONTEIRO, S. N. Evaluation of the projectiles loss of energy in polyester composite reinforced with fique fiber and fabric. *Materials Research*, FapUNIFESP (SciELO), v. 22, n. suppl 1, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2019-0146>>.

- PEREIRA, A. C.; MONTEIRO, S. N.; ASSIS, F. S.; COLORADO, H. A. Izod impact tests in polyester matrix composites reinforced with fique fabric. In: *Proceedings of the 3rd Pan American Materials Congress*. Springer International Publishing, 2017. p. 365–372. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-52132-9_37>.
- PICKERING, K. L.; EFENDY, M. A.; LE, T. M. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 83, p. 98–112, 2016.
- PINHEIRO, M. A.; GOMES, L. G.; SILVA, A. C. R. da; CANDIDO, V. S.; REIS, R. H. M.; MONTEIRO, S. N. Guaruman: a natural amazonian fiber with potential for polymer composite reinforcement. *Materials Research*, FapUNIFESP (SciELO), v. 22, n. suppl 1, 2019.
- PREMKUMAR, T.; SIVA, I.; MUNDE, Y.; RAJESH, S.; AMICO, S. C. Basalt fiber hybridization effects on the thermal degradation properties of curauá fiber composites. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, 2020.
- QUINAYÁ, D. C. P.; D'ALMEIDA, J. R. M. Nondestructive characterization of epoxy matrix composites reinforced with luffa lignocellulosic fibers. *Matéria (Rio de Janeiro)*, SciELO Brasil, v. 22, n. 2, 2017.
- RAJAK, D.; PAGAR, D.; MENEZES, P.; LINUL, E. Fiber-reinforced polymer composites: Manufacturing, properties, and applications. *Polymers*, MDPI AG, v. 11, n. 10, p. 1667, out. 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/polym11101667>>.
- RAMESH, M. Kenaf (*hibiscus cannabinus* l.) fibre based bio-materials: A review on processing and properties. *Progress in Materials Science*, Elsevier, v. 78, p. 1–92, 2016.
- REDDY, N. Processing and properties of coconuts. In: *Sustainable Applications of Coir and Other Coconut By-products*. [S.l.]: Springer, 2019. p. 1–30.
- REIS, R. H. M.; CÂNDIDO, V. S.; NUNES, L. F.; MONTEIRO, S. N. Chemical and morphological characterization of guaruman fiber. In: *Green Materials Engineering*. [S.l.]: Springer, 2019. p. 107–113.
- REIS, R. H. M.; NUNES, L. F.; OLIVEIRA, M. S.; JUNIOR, V. F. de V.; FILHO, F. D. C. G.; PINHEIRO, M. A.; CANDIDO, V. S.; MONTEIRO, S. N. Guaruman fiber: another possible reinforcement in composites. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier BV, v. 9, n. 1, p. 622–628, jan. 2020.
- REVANTH, J. S.; MADHAV, V. S.; SAI, Y. K.; KRISHNA, D. V.; SRIVIDYA, K.; SUMANTH, C. M. Tga and dsc analysis of vinyl ester reinforced by vetiveria zizanioides, jute and glass fiber. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, 2020.
- RODRIGUES, M. R. A. Estudo da reação de cura da resina epóxi (araldit f) com anidrido ftálico e trietilamina como iniciador. 1991.
- SABA, N.; JAWAID, M.; ALOTHMAN, O. Y.; PARIDAH, M.; HASSAN, A. Recent advances in epoxy resin, natural fiber-reinforced epoxy composites and their applications. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Sage Publications Sage UK: London, England, v. 35, n. 6, p. 447–470, 2016.

- SALMAN, S. D.; LEMAN, Z.; SULTAN, M.; ISHAK, M.; CARDONA, F. Effect of kenaf fibers on trauma penetration depth and ballistic impact resistance for laminated composites. *Textile Research Journal*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 87, n. 17, p. 2051–2065, 2017.
- SANJAY, M.; MADHU, P.; JAWAID, M.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; SENTHIL, S.; PRADEEP, S. Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review. *Journal of Cleaner Production*, Elsevier, v. 172, p. 566–581, 2018.
- SATYANARAYANA, K.; GUIMARÃES, J.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of brazil. part i: Source, production, morphology, properties and applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 38, n. 7, p. 1694–1709, 2007.
- SEGAL, L.; CREELY, J.; MARTIN, A.; CONRAD, C. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the x-ray diffractometer. *Textile Research Journal*, SAGE Publications, v. 29, n. 10, p. 786–794, out. 1959.
- SEIFERT, E. OriginPro 9.1: Scientific data analysis and graphing software—software review. *Journal of Chemical Information and Modeling*, American Chemical Society (ACS), v. 54, n. 5, p. 1552–1552, abr. 2014. Disponível em: <<https://doi.org/10.1021/ci500161d>>.
- SENTHILKUMAR, K.; SABA, N.; RAJINI, N.; CHANDRASEKAR, M.; JAWAID, M.; SIENGCHIN, S.; ALOTMAN, O. Y. Mechanical properties evaluation of sisal fibre reinforced polymer composites: a review. *Construction and Building Materials*, Elsevier, v. 174, p. 713–729, 2018.
- SILVA, A. M. Brum da; LUZ, S. M. d.; SIVA, I.; JAPPES, J. T. W.; AMICO, S. C. Effect of silane treatment on the curauá fibre/polyester interface. *Plastics, Rubber and Composites*, Taylor & Francis, v. 48, n. 4, p. 160–167, 2019.
- SMITH, N. Mauritiella armata. In: *Geobotany Studies*. Springer International Publishing, 2014. p. 383–389. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-05509-1_48>.
- SOLTAN, D. G.; NEVES, P. das; OLVERA, A.; JUNIOR, H. S.; LI, V. C. Introducing a curauá fiber reinforced cement-based composite with strain-hardening behavior. *Industrial Crops and Products*, Elsevier BV, v. 103, p. 1–12, set. 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.03.016>>.
- SOOD, M.; DWIVEDI, G. Effect of fiber treatment on flexural properties of natural fiber reinforced composites: A review. *Egyptian journal of petroleum*, Elsevier, v. 27, n. 4, p. 775–783, 2018.
- SRINIVAS, K.; NAIDU, A. L.; BAHUBALENDRUNI, M. R. A review on chemical and mechanical properties of natural fiber reinforced polymer composites. *International Journal of Performability Engineering*, v. 13, n. 2, 2017.
- SUMESH, K.; KANTHAHEL, K.; KAVIMANI, V. Peanut oil cake-derived cellulose fiber: Extraction, application of mechanical and thermal properties in pineapple/flax natural fiber composites. *International Journal of Biological Macromolecules*, Elsevier, v. 150, p. 775–785, 2020.

TODKAR, S. S.; PATIL, S. A. Review on mechanical properties evaluation of pineapple leaf fibre (palf) reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier BV, v. 174, p. 106927, out. 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.106927>>.

VIEIRA, J. d. S.; LOPES, F. P.; MORAES, Y. M. de; MONTEIRO, S. N.; MARGEM, F. M.; MARGEM, J. I.; SOUZA, D. Comparative mechanical analysis of epoxy composite reinforced with malva/jute hybrid fabric by izod and charpy impact test. In: SPRINGER. *TMS Annual Meeting & Exhibition*. [S.l.], 2018. p. 177–183.

WANG, H.; YU, Z.; ZHANG, X.; REN, D.; YU, Y. The combined effects of initial microfibrillar angle and moisture contents on the tensile mechanical properties and angle alteration of wood foils during tension. *Holzforschung*, De Gruyter, v. 71, n. 6, p. 491–497, 2017.

YANG, J.; CHING, Y. C.; CHUAH, C. H. Applications of lignocellulosic fibers and lignin in bioplastics: A review. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 11, n. 5, p. 751, 2019.