

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

**LUCAS DE MENDONÇA NEUBA**

**CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO BALÍSTICA DE COMPÓSITOS EPÓXI  
REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUNCO-SETE-ILHAS**

**RIO DE JANEIRO  
2020**

LUCAS DE MENDONÇA NEUBA

CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO BALÍSTICA DE COMPÓSITOS EPÓXI  
REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUNCO-SETE-ILHAS

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): Sergio Neves Monteiro, Ph.D.  
Lucio Fabio Cassiano Nascimento, D.Sc.

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).

de Mendonça Neuba, Lucas.

Caracterização e avaliação balística de compósitos epóxi reforçados com fibras de junco-sete-ilhas / Lucas de Mendonça Neuba. – Rio de Janeiro, 2020.  
149 f.

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

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

1. compósitos. 2. epóxi. 3. fibras. 4. *Cyperus mallacensis*. 5. balística. i. Neves Monteiro, Sergio (orient.) ii. Fabio Cassiano Nascimento, Lucio (orient.)  
iii. Título

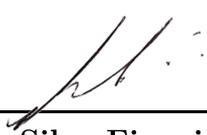
**LUCAS DE MENDONÇA NEUBA**

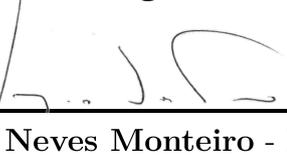
**Caracterização e avaliação balística de compósitos epóxi  
reforçados com fibras de junco-sete-ilhas**

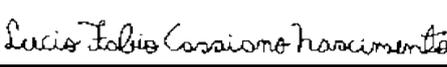
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência em Ciência dos Materiais.

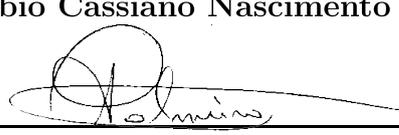
Orientador(es): Sergio Neves Monteiro e Lucio Fabio Cassiano Nascimento.

Aprovado em Rio de Janeiro, 18 de Dezembro de 2020, pela seguinte banca examinadora:

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

  
\_\_\_\_\_  
Prof. **Sergio Neves Monteiro** - Ph.D. do IME

  
\_\_\_\_\_  
Prof. **Lucio Fabio Cassiano Nascimento** - D.Sc. do IME

  
\_\_\_\_\_  
Prof. **Alexandre Alvarenga Palmeira** - D.Sc. da UERJ

Rio de Janeiro  
2020

*“Tudo o que temos de decidir é o que fazer com o tempo que nos é dado.” J. R. R.  
Tolkien*

## AGRADECIMENTOS

Aos meus amados pais, André e Janaina por todo apoio, conselhos e carinho que me ofereceram durante todo o período do mestrado e da vida, além da força e coragem que me deram para continuar na busca desse sonho em particular.

A minha querida avó Vera Lúcia por todo cuidado e apoio durante essa caminhada.

As minhas queridas tia e prima por toda ajuda, companheirismo e compreensão.

Ao meu Padrasto Mauro por sempre me ajudar, incentivar e abrir os meus olhos para a carreira acadêmica.

As minhas irmãs, apesar de estar fisicamente distante, espero no futuro ser um exemplo de persistência e inspiração.

Aos meus primos, Carol, Lília, Paulo Victor, Mauro, João, Jean, Fernanda e Thiago por todas as palavras de incentivo e bons desejos.

A toda minha família do Rio de Janeiro, Valença e Volta Redonda por sempre acreditarem em mim.

Ao meu orientador, Sergio Neves, pelos ensinamentos, conselhos, por todo apoio e orientação neste trabalho. Muito obrigado!

Ao meu coorientador, Lucio, por todo apoio, conhecimentos passados e conselhos neste trabalho. Muito obrigado!

Aos meus amigos civis e militares conquistados durante o mestrado, pelos bons momentos que passamos juntos e experiências que compartilhamos, em especial ao Raí, Isaque, Vanessa, Sabrina, Andressa, Hugo e Aragão.

Aos amigos do laboratório de fibras naturais: Artur, Fernanda, Michelle, Luana, Wendell, Ulisses, Raphael, Fábio e Matheus.

Aos meus amigos Kim, Nelson, Lucas, Alexander, Daniel, Renan, Henrique, Patrick, Caio, Herickson, Edson, Mateus e a todos que foram conquistados ao longa dessa jornada chamada vida.

Aos professores do Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do IME, pelos ensinamentos e conhecimentos passados.

Ao laboratório de Ensaio Não Destrutivos, Soldagem e Corrosão (LNDC) da UFRJ, em especial ao técnico Brendon responsável pela realização dos ensaios de tração. Em especial a pessoa do Brendon, técnico, por todo apoio e boa vontade em auxiliar nas pesquisas. Muito obrigado!

A UFF EEIMVR por possibilitar a realização dos ensaios de tração das fibras e compósitos estudados nesse trabalho. Em especial a Isabela, técnica, doutoranda e pesquisadora por todo auxílio e boa vontade. Muito obrigado!

Ao IPQM por possibilitar a realização das análises de caracterização térmica das fibras e compósitos epoxídicos reforçados com fibras.

A UENF por possibilitar a realização do ensaio de Impacto Izod. Em especial ao Noan Tonini, pesquisador e Pós doutorando por toda boa vontade e auxílio. Muito Obrigado.

Ao Professor André Ben-Hur por realizar os ensaios de velocidade residual presentes nesse trabalho.

A minha amiga Michelle por realizar os experimentos que possibilitaram extrair a composição química da fibra de junco-sete-ilhas. Muito obrigado!

A minha amiga Luana, por analisar todas as imagens de MEV dos compósitos presentes nesse trabalho. Muito obrigado!

A CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pelo apoio e suporte financeiro para o desenvolvimento deste trabalho.

*“Existem muitas hipóteses em ciência que estão erradas. Isso é perfeitamente aceitável, elas são a abertura para achar as que estão certas.”(Carl Sagan)*

## RESUMO

Uma preocupação mundial nas últimas décadas, em termos de problemas envolvendo a poluição de rios, atmosfera e outros meios, além da alteração climática recorrente ao excesso de poluição gerado pela civilização humana, impulsiona cada vez mais a busca por desenvolver novos materiais ambientalmente favoráveis. Muitos estudos estão sendo realizados com o intuito de se utilizar materiais naturais incorporados em matrizes poliméricas, visando a produção de compósitos em diversas aplicações de engenharia, inclusive como um material empregado na proteção balística. Outro fato relevante para a utilização de materiais naturais está relacionado ao custo e peso menor, além de em alguns casos contribuir para o desenvolvimento econômico de determinadas regiões, se a sua produção for utilizada em uma escala maior. Sendo assim, o presente trabalho, de forma inédita, sugere a utilização de fibras de junco-sete-ilhas (*Cyperus malaccensis lam.*) como reforço em uma matriz de epóxi com o objetivo de avaliar se esse compósito é favorável para uma aplicação de proteção balística. Dessa forma, foi realizada a caracterização química, térmica e mecânica das fibras e compósitos. Foi realizada a avaliação da eficiência balística preliminar dos compósitos produzidos através da medição da velocidade residual e energia absorvida, empregando munição de calibre 5,5 mm. As fibras de junco-sete-ilhas apresentaram densidade geométrica linear de  $0,46 \pm 0,1934 \text{ gm/cm}^3$ , com diâmetros médios variando entre 0,16 a 0,92 mm. As fibras apresentaram um teor de umidade percentual de 15,23% e composição química constituída por 10,76% de extrativos, 42,27% de lignina, 46,27% de hemicelulose e 45,10% de alfacelulose. As fibras apresentaram propriedades mecânicas razoáveis com resistência à tração média máxima de 163,48 MPa, módulo de elasticidade de 4,36 GPa e alongamento de 4,05%. Micrografias obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para as fibras, apresentaram porosidade no interior das fibras e uma maior uniformidade ao longo do comprimento para fibras mais finas. Os ensaios termogravimétricos das fibras apresentaram perda de umidade entre 26 a 100°C e temperatura de início de degradação em 241°C. Foram produzidos compósitos epoxídicos reforçados com fibras contínuas e preferencialmente alinhadas de junco-sete-ilhas nas frações de 10, 20 e 30% em volume. Os compósitos do grupo de 30% em volume apresentaram melhor resultado para energia de impacto Izod, as superfícies de fratura dos corpos de prova evidenciaram a transição de mecanismos de fratura totalmente frágil para dúctil-frágil de acordo com o aumento das fibras como fase reforço. O ensaio de tração dos compósitos evidenciou que possivelmente as fibras possam estar atuando como carga incorporada, onde o grupo de 30% demonstrou melhor resistência à tração média de 15,17 MPa e módulo de elasticidade de 3,77 GPa. As análises termogravimétricas (TGA) dos compósitos apresentaram uma temperatura onset ( $T_{\text{onset}}$ ) entre 292 a 300,5°C e através da análise de calorimetria diferencial de varredura (DSC) foi possível obter a temperatura de transição vítrea dos compósitos ( $T_g$ ) entre 66,8 e 81,1°C. O ensaio de velocidade residual revelou que os parâmetros de  $E_{\text{abs}}$  (73,95 – 80,48) foram inferiores aos valores apresentados pela resina epóxi pura e outros compósitos já estudados. Além disso, Os resultados foram tratados estatisticamente através da análise de variância (ANOVA), teste Tukey e análise de Weibull.

**Palavras-chave:** compósitos. epóxi. fibras. *Cyperus malaccensis*. balística.

## ABSTRACT

A worldwide concern in recent decades, in terms of problems related to pollution of the environment. In addition to the recurrent climate change due to the excess of pollution generated by human civilization, is increasingly driving the development of new materials that are environmentally friendly. An extensive variety of research's have been done in order to apply natural materials embedded in polimeric matrix aiming to produce composites for many engineering applications, such as materials used for ballistic protection. Another relevant fact for the application of natural materials is related to a lower cost and weight, in addition to some cases contributing to the economic development of certain regions when its used on a larger scale. Therefore, the present work, for the first time, suggests the use of seven-islands-sedge (*Cyperus malaccensis lam.*) as a reinforcement in an epoxy matrix in order to assess whether it is favorable for a ballistic protection application. In the present work, chemical, thermal and mechanical characterization of fibers and composites have been done. The ballistic efficiency of the produced composites have been evaluated by limit velocity and absorbed energy, by 5.5 mm commercial ammunition. The fibers have presented a linear density of  $0.46 \pm 0.1934$  gm/cm<sup>3</sup>, with a diameter range varying from 0.16 to 0.92 mm. The seven-islands-sedge displayed a mean moisture content of 15.23% and a chemical composition related to the extractives of 10.76%, 42.27% of lignin, 46.27% of hemicellulose e 45.10% of cellulose. The mechanical properties of the fibers have displayed a mean tensile strength of 163.48 MPa, an elastic modulus of 4.36 GPa and total elongation of 4.05% for the thinnest fibers. Fibers micrographs obtained by scanning electron microscopy (SEM), have shown porosity on the inside and an uniformity along the length for the thinner fibers. The thermogravimetric analyses of the fibers have shown an early mass loss from 26 to 100C and a limit for the thermal stability at 241 °C. The composites processing have been done for specimens groups of 10, 20 and 30 vol.% of fibers. Specimens of 30 vol.% of fibers displayed the best values for the Izod impact energy, besides the fracture surfaces have shown the transition from a fragile to ductile-fragile fracture mechanisms since the content of fiber have increased. Moreover, the tensile tests for the composite's specimens displayed that the fibers acted as defects in the material's structure. The group of 30 vol.% have shown 30% the best mean tensile strength (15.17 MPa) and elastic modulus (3,77 GPa). Thermogravimetric analysis (TG) presented an onset temperature ( $T_{\text{onset}}$ ) varying from 292 to 300.5 °C and by differential scanning calorimetry (DSC) have been possible to reveal the glass transition temperature ( $T_g$ ) at 66.8 and 81.1 °C. Ballistic tests displayed the parameters of  $E_{\text{abs}}$  (73.95 – 80.48) which were below for the neat epoxy resin and other composites reinforced with natural fibers in the literature. Furthermore, the results were evaluated statistically through analysis of variance (ANOVA), Tukey test and Weibull analysis.

**Keywords:** *Cyperus malaccensis*. Composites. Fibers. Epoxy. Ballistic.

## LISTA DE 38 ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – MEV da superfície de FNLs: (a) Sisal, (b) bambu, (c) coco e (d) piaçava.	28
Figura 2.2 – Microestrutura de uma fibra.	30
Figura 2.3 – Estrutura da cadeia de celulose.	30
Figura 2.4 – Estrutura da cadeia de lignina.	31
Figura 2.5 – Resistência média em função do diâmetro das fibras de sisal (a), juta (b), piaçava (c) e rami (d).	33
Figura 2.6 – (a) zona de cultivo da planta <i>Cyperus malaccensis</i> Lam. (b) caule com raízes da planta após colheita. (SHIOYA et al., 2019) (adaptado).	34
Figura 2.7 – Processo de confecção.	35
Figura 2.8 – Gráfico representando os artigos publicados ao longo dos anos relativos ao termo “ <i>Cyperus malaccensis</i> Lam.” No Web of Science.	35
Figura 2.9 – Seção transversal do caule da <i>Cyperus malaccensis</i> . (a) indica a região próxima à raiz; (b-g) indica a posição em múltiplos crescentes de 15 cm a partir da posição a; (h) indica o topo do caule no qual as folhas crescem.	36
Figura 2.10–Locais em que a planta da espécie <i>Cyperus malaccensis</i> está presente	37
Figura 2.11–Estrutura química do DGEBA.	39
Figura 2.12–Reação de produção da resina epóxi.	40
Figura 2.13–Classificação dos materiais compósitos.	41
Figura 2.14–Curva tensão deformação para um material dúctil.	46
Figura 2.15–Modelo físico da propagação de uma onda de choque: (a) antes do choque; (b) após um tempo $t_1$ ; (c) após um tempo $t_2 > t_1$ .	47
Figura 2.16–Sequência de eventos durante impacto balístico: (a) antes do impacto; (b) no instante do impacto; (c) após impacto.	50
Figura 2.17–Transferência da onda de choque de um meio com alta impedância para um meio com baixa impedância: (a) gráfico pressão versus velocidade de partícula; (b) perfis de pressão.	51
Figura 2.18–Transferência da onda de choque de um meio com baixa impedância para um meio com alta impedância: (a) gráfico pressão versus velocidade de partícula; (b) perfis de pressão.	52
Figura 2.19–Trauma do projétil avaliado por indentação no material de referência (plastilina).	54
Figura 3.1 – Fluxograma das etapas relacionados as caracterizações das fibras e compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas.	56

Figura 3.2 – (a) junco-sete-ilhas após sua retirada da esteira fornecida pela empresa Artevale; (b) materiais que auxiliaram no processo de desfibramento das fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	57
Figura 3.3 – (a) junco-sete-ilhas imerso em água durante um período de 24 horas; (b) fibras desfiadas; (c) corte das fibras de junco em 150 mm. . . . .	58
Figura 3.4 – (a) resina epóxi MC 130; (b) endurecedor FD 129. . . . .	59
Figura 3.5 – Máquina de ensaio de tração modelo EMIC. . . . .	65
Figura 3.6 – Amostra submetida ao ensaio de tração. . . . .	65
Figura 3.7 – Algumas corpos de prova de fibras de junco-sete-ilhas embutidas em uma matriz epóxi. . . . .	66
Figura 3.8 – Equipamentos que auxiliaram na confecção das placas de compósitos, como: (a) peças que compõe a matriz de aço; (b) estufa; (c) prensa SKAY de 15 toneladas. . . . .	68
Figura 3.9 – Placas de compósitos com percentuais de fibras correspondentes a 10, 20 e 30% em volume. . . . .	69
Figura 3.10–(a) entalhador manual de dente único da marca Pantec Iz/Ch 50; (b) corpos de prova de compósitos epoxídicos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas nas frações volumétricas de 10, 20 e 30%. . . . .	70
Figura 3.11–Equipamento shimadzu modelo DTG 60H, pertencente ao IPQM. . . . .	71
Figura 3.12–Equipamento shimadzu modelo DSC-60, pertencente ao IPQM. . . . .	72
Figura 3.13–Equipamento shimadzu modelo IRPrestige-21, pertencente ao IPQM. . . . .	73
Figura 3.14–Equipamento PANalytical de modelo X'pert Pro MRD System, pertencente ao IME. . . . .	74
Figura 3.15–Curvas obtidas por meio do difratograma e o valor T observado no eixo das abscissas. . . . .	75
Figura 3.16–Picnômetro de Hélio da marca Micromeritics pertencente ao IPQM. . . . .	76
Figura 3.17–(a) Microscópio eletrônico de varredura FEI modelo Quanta FEG 250; (b) Sistema de deposição de alto vácuo da LEICA modelo EM ACE600. . . . .	77
Figura 3.18–Amostras dos compósitos após o recobrimento de ouro realizado. . . . .	78
Figura 3.19–Equipamentos utilizados no ensaio balístico (a) rifle de ar; (b) cronógrafo. . . . .	79
Figura 4.1 – Seção transversal de (a) fibras finas e (b) fibras grossas com uma ampliação de 5X. . . . .	81
Figura 4.2 – Histograma do número de fibras em relação aos intervalos de diâmetro. . . . .	82
Figura 4.3 – Gráfico de Weibull relacionando os parâmetros das diferentes densidades distribuídas nos primeiros intervalos de diâmetro. . . . .	83
Figura 4.4 – Gráfico de Weibull relacionando os parâmetros das diferentes densidades distribuídas nos últimos intervalos de diâmetro. . . . .	84
Figura 4.5 – Gráfico da dependência da densidade da fibra de junco-sete-ilhas em relação ao diâmetro. . . . .	85

Figura 4.6 – Relação entre a densidade característica e o diâmetro das fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	86
Figura 4.7 – Relação da densidade característica e o inverso do diâmetro. . . . .	86
Figura 4.8 – Superfície de uma fibra grossa com um aumento de (a) 1500X e (b) 2000X; superfície de uma fibra fina com um aumento de (a) 1200X e (b) 5000X. . . . .	88
Figura 4.9 – Difratoograma das fibras de junco-sete-ilhas sem tratamento. . . . .	91
Figura 4.10–Gráfico de Weibull relacionando os parâmetros para os primeiros intervalos de diâmetro. . . . .	93
Figura 4.11–Gráfico de Weibull relacionando os parâmetros para os últimos intervalos de diâmetro. . . . .	93
Figura 4.12–Tensão máxima à tração em função dos intervalos de diâmetro. . . . .	94
Figura 4.13–Tensão máxima característica em função do diâmetro. . . . .	94
Figura 4.14–Ajuste linear da tensão característica em função do inverso do diâmetro. . . . .	95
Figura 4.15–Seção transversal de uma microfibrila de junco-sete-ilhas aumento de(a) 400X e (b) 800X. . . . .	96
Figura 4.16–Detalhe da superfície de uma fibra rompida sob esforço de tração (a) 500X e (b) 1000X. . . . .	96
Figura 4.17–Gráficos relacionando o desvio padrão e o intervalo de diâmetro com a (a) deformação máxima e (b) módulo de elasticidade. . . . .	98
Figura 4.18–Tensão de <i>Pullout</i> versus comprimento de embutimento. . . . .	100
Figura 4.19–Espectro de FTIR das fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	101
Figura 4.20–Curva TGA/DTG para as fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	103
Figura 4.21–Curva DSC da fibra de junco-sete-ilhas. . . . .	105
Figura 4.22–Energia de impacto Izod versus fração volumétrica de junco-sete-ilhas. . . . .	106
Figura 4.23–Corpos fraturados após o ensaio de impacto Izod. (a) 0%v/v de fibras (b) 10%v/v de fibras (c) 20%v/v de fibras e (d) 30%v/v de fibras. . . . .	107
Figura 4.24–(a) Resina epóxi pura com 500X de aumento; (b) Compósito epoxídico reforçado com 10% em volume de fibras de junco-sete-ilhas com 250X de aumento. . . . .	107
Figura 4.25–(a) e (b) Compósito epoxídico reforçado com 20% em volume de fibras de junco-sete-ilhas com 250X de aumento. . . . .	108
Figura 4.26–(a) Compósito epoxídico reforçado com 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas com 100X de aumento; (b) Compósito epoxídico reforçado com 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas com 500X de aumento. . . . .	108
Figura 4.27–Gráficos relacionando os parâmetros de Weibull para os corpos de prova de 0,10, 20 e 30%v/v. . . . .	111

Figura 4.28–Variação da resistência mecânica com o aumento de percentual das fibras de junco-sete-ilhas aplicadas como reforço em compósitos epoxídicos. . . . .	113
Figura 4.29–Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos corpos de prova da condição de 10% em volume de fibras. Onde (a) representa um aumento de 100X; (b) aumento de 500X. . . . .	114
Figura 4.30–Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos corpos de prova da condição de 10% em volume de fibras, evidenciando predominância de fratura frágil. Onde (a) representa um aumento de 100X; (b) aumento de 500X. . . . .	115
Figura 4.31–Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos corpos de prova da condição de 20% em volume de fibras. Onde (a) representa um aumento de 100X; (b) aumento de 1000X. . . . .	115
Figura 4.32–Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos corpos de prova da condição de 30% em volume de fibras. Onde (a) representa um aumento de 500X; (b) aumento de 500X. . . . .	116
Figura 4.33–Gráfico dos parâmetros de Weibull para os corpos de prova de 10%, 20% e 30% em fração volumétrica. . . . .	118
Figura 4.34–Variação do (a) total de deformação e (b) módulo de elasticidade. . . . .	118
Figura 4.35–Curva TGA para a resina epóxi DGEBA-TETA. . . . .	121
Figura 4.36–Comparativo das curvas TG da resina epóxi e matriz epoxídica reforçada com 10,2 0e 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	123
Figura 4.37–Comparativo das curvas DTG da resina epóxi e matriz epoxídica reforçada com 10,2 0e 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	123
Figura 4.38–Curva DSC para resina epóxi DGEBA/TETA e os compósitos epoxídicos reforçados com 10, 20 e 30% v/v de fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	124
Figura 4.39–Curva DSC para o compósito epoxídico reforçado com 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	125
Figura 4.40–Comparativo dos espectros de FTIR dos compósitos nas condições de 10 a 30% em volume com as fibras de junco-sete-ilhas e a resina epóxi pura. . . . .	126
Figura 4.41–Aspecto macroscópico dos compósitos após o impacto balístico, nas condições de: (a) 10% v/v, (b) 20% v/v e (c) 30% v/v. . . . .	129
Figura 4.42–Mecanismos de falha observados na superfície do compósito após o impacto balístico, nos aumentos de: (a) 100X e (b) 500x. . . . .	130
Figura 4.43–Mecanismos de falha observados na superfície do compósito após o impacto balístico, nos aumentos de: (a) 500X e (b) 250x. . . . .	130

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Origem de algumas fibras importantes. . . . .	29
Tabela 2.2 – Composição química de algumas fibras. . . . .	29
Tabela 2.3 – Propriedades das FNLs em comparação com as fibras sintéticas. . . . .	32
Tabela 2.4 – Propriedades mecânicas da resina epoxídica. . . . .	40
Tabela 2.5 – Propriedades mecânicas de diferentes CFNLs para diferentes matrizes e frações de fibras. . . . .	43
Tabela 2.6 – Velocidade de ondas elásticas. . . . .	45
Tabela 2.7 – Adaptado de MEYERS,1994. . . . .	45
Tabela 2.8 – Classificação dos níveis de proteção em blindagens balísticas. . . . .	53
Tabela 3.1 – Características dos compósitos epoxídicos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	67
Tabela 4.1 – Intervalo de dimensões da fibra de junco-sete-ilhas. . . . .	82
Tabela 4.2 – Densidade média e característica para cada intervalo de diâmetro das fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	84
Tabela 4.3 – Percentual de umidade das amostras de junco-sete-ilhas. . . . .	89
Tabela 4.4 – Comparativo com outras FNLs. . . . .	89
Tabela 4.5 – Comparação da composição química da fibra de junco-sete-ilhas com uma fibra do mesmo gênero botânico. . . . .	90
Tabela 4.6 – Comparativo entre fibras do gênero botânico <i>Cyperus</i> . . . . .	92
Tabela 4.7 – Resultados referente ao ensaio de tração das fibras de junco-sete-ilhas e parâmetros de Weibull. . . . .	92
Tabela 4.8 – Análise de variância da tensão de tração máxima média para os diferentes intervalos de diâmetro. . . . .	97
Tabela 4.9 – Resultados para as diferenças entre os valores médios dos intervalos de diâmetro após aplicação do teste de Tukey. . . . .	97
Tabela 4.10–Resultados para a deformação máxima e o módulo de elasticidade das fibras de junco-sete-ilhas divididos em diferentes grupos de diâmetro. . . . .	98
Tabela 4.11–Comparativo entre fibras do gênero botânico <i>Cyperus</i> . . . . .	99
Tabela 4.12–Comparativo da Resistência da ligação interfacial com diferentes FNLs. . . . .	101
Tabela 4.13–Principais bandas de adsorção na região do FTIR para as fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	102
Tabela 4.14–Comparativo entre fibras do gênero botânico <i>Cyperus</i> . . . . .	104
Tabela 4.15–Resultados do ensaio de impacto Izod para os compósitos de matriz epoxídicas reforçados com fibras de junco-sete-ilhas orientadas preferencialmente na direção de carregamento. . . . .	106

Tabela 4.16–Análise de variância da energia de impacto Izod para os compósitos epoxídicos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	109
Tabela 4.17–Resultados para as diferenças entre os valores médios da energia de impacto Izod após aplicação do teste de Tukey. . . . .	110
Tabela 4.18–Valores médios das energias de impacto Izod absorvidas e os parâmetros de Weibull. . . . .	110
Tabela 4.19–Comparação da resistência ao impacto de diferentes fibras naturais pertencentes ao gênero <i>Cyperus</i> . . . . .	112
Tabela 4.20–Resultados para o ensaio de tração de compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	113
Tabela 4.21–Análise de variância da resistência mecânica para os compósitos epoxídicos reforçados com 10%, 20%, 30% com fibras orientadas preferencialmente na direção de carregamento. . . . .	116
Tabela 4.22–Resultados adquiridos do teste de Tukey para as diferenças entre os valores médios de resistência mecânica das frações volumétricas de fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	117
Tabela 4.23–Resistência máxima à tração média e aos parâmetros de Weibull. . . . .	117
Tabela 4.24–Resultados para o módulo de elasticidade e deformação do compósito epoxídico reforçado com fibras de junco-sete-ilhas orientadas preferencialmente na direção de carregamento. . . . .	119
Tabela 4.25–Resultados de resistência à tração e módulo de elasticidade para compósitos reforçados com diferentes espécies do gênero botânico <i>Cyperus</i> . . . . .	120
Tabela 4.26–Parâmetros termogravimétricos do epóxi e dos compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas até 30% em volume. . . . .	122
Tabela 4.27–Principais bandas de adsorção na região do FTIR para as fibras de raffia e compósitos de poliéster reforçados com essa fibra. . . . .	127
Tabela 4.28–Energia absorvida obtida para os compósitos epoxídicos reforçados com 10, 20 e 30%v/v de fibras de junco-sete-ilhas. . . . .	128
Tabela 4.29–Análise de variância da energia absorvida média ( $E_{abs}$ ) para os compósitos epoxídicos reforçados com junco-sete-ilhas. . . . .	128
Tabela 4.30–Valores das velocidades médias de impacto e residual, energia absorvida, velocidade limite, massas das amostras e dos projéteis relacionados aos compósitos produzidos no presente trabalho e de outros autores. . . . .	131

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AMF	Ângulo Microfibrilar
ANOVA	Análise de Variância
ASTM	<i>American Society for Testing of Materials</i>
CFNLs	Compósitos Reforçados com Fibras Naturais Lignocelulósicas
DGEBA	Diglicidil Éter do Bisfenol A
DRX	Difração de Raios-x
DSC	Calorimetria Diferencial de Varredura
DTG	Termogravimetria Derivada
FNLs	Fibras Naturais Lignocelulósicas
FTIR	Infravermelho por Transformada de Fourier
HSD	Diferença Honestamente Significativa ( <i>Honestly significant Difference</i> )
IME	Instituto Militar de Engenharia
IPQM	Instituto de Pesquisas da Marinha
LNDC	Laboratório de Ensaaios não Destrutivos, Corrosão e Soldagem
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NBR	Norma Brasileira
NIJ	Instituto Nacional de Justiça ( <i>National Institute of Justice</i> )
PA	Poliamida
PE	Polietileno
PP	Polipropileno
PS	Poliestireno
PVC	Policloreto de Vinila
TETA	Trietileno Tetramina

TGA	Análise Termogravimétrica
UENF	Universidade Estadual do Norte Fluminense
UFF	Universidade Federal Fluminense
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro

## LISTA DE SÍMBOLOS

$d$	Diâmetro da Fibra
$r_f$	Raio médio característico da fibra
$1/D$	Inverso do diâmetro
$E$	Módulo de Elasticidade
$E_{\text{comp}}$	Módulo de Elasticidade do compósito
$E_m$	Módulo de Elasticidade da matriz
$E_f$	Módulo de Elasticidade da fibra
$V$	Volume
$V_e$	Volume do sólido
$V_a$	Volume da câmara da amostra
$V_s$	Volume da câmara de expansão
$V_c$	Fração volumétrica do compósito
$V_m$	Fração volumétrica da matriz
$V_f$	Fração volumétrica da fibra
$\sigma$	Resistência a Tração
$\sigma_{\text{máx}}$	Tensão máxima de engenharia
$\tau$	Tensão de escoamento ao cisalhamento da matriz
$\sigma_f$	Limite de Resistência a Tração da Fibra
$\epsilon$	Deformação de engenharia
$d\sigma_f/d\epsilon$	Inclinação da curva tensão versus deformação
$F_{\text{bd}}$	Força máxima
$A_o$	Área inicial da seção do corpo de prova
$l$	Comprimento da fibra
$L$	Comprimento de embutimento

$\rho$	Densidade Específica
$\rho_f$	Densidade Específica da fibra
$\rho_m$	Densidade Específica da matriz
$\rho_c$	Densidade Específica do compósito
$O_s$	Amostra úmida
$O_{bd}$	Amostra seca
$M_{bd}$	Teor de umidade percentual
$t$	Tempo
$P$	Pressão
$S$	Constante da equação de estado do material
$C_o$	Velocidade
$C$	Velocidade do som no material
$U_p$	Velocidade da partícula
$U_S$	Velocidade da onda de choque
$V_{50}$	Limite Balístico
$V_p$	Velocidade da Onda Plástica
$V_E$	Velocidade da onda elástica
$V_S$	Velocidade de Choque do Projétil
$V_L$	Velocidade Limite
$V_r$	Velocidade Residual
$V_i$	Velocidade de impacto
$E_{abs}$	Energia absorvida
$I_c$	Índice de cristalinidade
$I_1$	Intensidade do mínimo de difração
$I_2$	Intensidade do máximo de difração
QMR	Quadrado Médio do Resíduo

$q$	Amplitude total
$r$	Número de repetições de tratamento
GL	Graus de Liberdade
$\Theta$	Unidade característica
$\beta$	Módulo de Weibull
$\beta \ln(\theta)$	Coefficiente linear
$R^2$	Ajuste linear
$T_g$	Temperatura de transição vítrea

# SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>23</b>
1.1	JUSTIFICATIVA DO TRABALHO	24
1.2	OBJETIVOS DO TRABALHO	24
1.2.1	OBJETIVO GERAL	24
1.2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	25
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>27</b>
2.1	FIBRAS NATURAIS	27
2.2	FIBRAS NATURAIS LIGNOCELULÓSICAS (FNLS)	27
2.3	JUNCO-SETE-ILHAS (CYPERUS MALACCENSIS LAM.)	33
2.4	RESINAS POLIMÉRICAS	37
2.4.1	RESINA EPÓXI	38
2.5	MATERIAIS COMPÓSITOS	40
2.5.1	MATRIZ POLIMÉRICA REFORÇADA COM FIBRAS NATURAIS	42
2.6	COMPORTAMENTO DINÂMICO DOS MATERIAIS	44
2.6.1	INTERAÇÃO E REFLEXÃO DE ONDAS DE CHOQUE	49
2.7	BLINDAGEM BALÍSTICA	52
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>56</b>
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS	57
3.1.1	FIBRA DE JUNCO-SETE-ILHAS	57
3.1.2	RESINA EPÓXI	58
3.2	DIÂMETRO DAS FIBRAS	59
3.3	DENSIDADE DAS FIBRAS	60
3.4	TEOR DE UMIDADE	61
3.5	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	61
3.6	ENSAIOS MECÂNICOS DAS FIBRAS	64
3.6.1	ENSAIO DE TRAÇÃO	64
3.6.2	ENSAIO DE ESCORREGAMENTO DAS FIBRAS ( <i>PULLOUT</i> )	66
3.7	CONFECÇÃO DOS COMPÓSITOS	67
3.8	ENSAIO DE IMPACTO	69
3.9	ENSAIO DE TRAÇÃO	70
3.10	ANÁLISES TÉRMICAS	70
3.10.1	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)	71
3.10.2	ANÁLISE DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)	72

3.11	ESPECTROMETRIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) . . . . .	72
3.12	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX) . . . . .	73
3.13	PICNOMETRIA GASOSA . . . . .	75
3.14	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) . . . . .	77
3.15	ENSAIO BALÍSTICO . . . . .	78
3.16	MÉTODO ESTATÍSTICO . . . . .	79
3.16.1	WEIBULL . . . . .	79
3.16.2	ANOVA . . . . .	80
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO . . . . .</b>	<b>81</b>
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE JUNCO-SETE-ILHAS . . . . .	81
4.1.1	ANÁLISE DA VARIAÇÃO DO DIÂMETRO . . . . .	81
4.1.2	DENSIDADE . . . . .	83
4.1.3	PICNOMETRIA GASOSA . . . . .	88
4.1.4	TEOR DE UMIDADE . . . . .	89
4.1.5	COMPOSIÇÃO QUÍMICA . . . . .	89
4.1.6	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX) . . . . .	90
4.1.7	ENSAIO DE TRAÇÃO . . . . .	92
4.1.8	ENSAIO DE PULLOUT . . . . .	99
4.1.9	ESPECTROMETRIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) . . . . .	101
4.1.10	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) . . . . .	102
4.1.11	ANÁLISE DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC) . . . . .	104
4.2	CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS EPOXÍDICOS REFORÇADOS COM JUNCO-SETE-ILHAS . . . . .	105
4.2.1	ENSAIO DE IMPACTO IZOD . . . . .	105
4.2.2	ENSAIO DE TRAÇÃO . . . . .	112
4.2.3	ANÁLISES TERMOGRAVIMÉTRICAS (TGA) . . . . .	120
4.2.4	ANÁLISE DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC) . . . . .	124
4.2.5	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) . . . . .	125
4.3	AVALIAÇÃO BALÍSTICA . . . . .	127
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES . . . . .</b>	<b>133</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS . . . . .</b>	<b>137</b>
	<b>REFERÊNCIAS . . . . .</b>	<b>138</b>

# 1 INTRODUÇÃO

Crescentes ameaças envolvendo conflitos urbanos, guerras regionais e ações terroristas nas décadas recentes estão associadas com uma escalada de poder e sofisticação no desenvolvimento de armas de fogo. Dessa forma os cenários de combates atuais e futuros necessitam de uma maior proteção contra munições letais. Nesse contexto, esforços mundiais se concentram em direção ao desenvolvimento de proteção balística individual mais resistente, mais leve e flexível (BENZAÏT; TRABZON, 2018; COSTA et al., 2019).

Materiais balísticos de proteção individual baseados em um único material, tal como placas de armadura de ligas de aço ou alumínio, conseguem fornecer proteção contra projéteis de munição 7.62 mm, nível III se forem muito espessos e/ou muito pesados. Nesse caso, sendo mais conveniente para veículos, mas não para proteção individual (MONTEIRO et al., 2018).

Materiais como o polietileno de ultra peso molecular (Dyneema<sup>®</sup> e Spectra<sup>®</sup>) e aramida (Twaron<sup>®</sup> e Kevlar<sup>®</sup>) são utilizados como proteção individual e apresentam alto desempenho (PEREIRA et al., 2019a).

Entretanto, nos últimos anos, uma preocupação crescente com a limitação de recursos não renováveis trouxe um foco ao desenvolvimento de materiais compósitos ambientalmente sustentáveis e biodegradáveis. Aliados a uma legislação ambiental conectada a demanda industrial e consumidora ao redor do mundo, impulsionam novos estudos e pesquisas em busca de materiais que substituam fibras sintéticas atenuando a dependência de produtos à base de petróleo. Nesse contexto, há uma tendência crescente no desenvolvimento de materiais biocompósitos em diversas aplicações de engenharia, e com uma grande variedade de aplicações empregando fibras naturais como reforço (LOTFI et al., 2019; RAJAK et al., 2019). No cenário de desempenho balístico compósitos reforçados com fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) demonstraram bom comportamento balístico (PEREIRA et al., 2019a).

O Brasil é um país que se destaca por apresentar vantagens para a utilização das FNLs, possuindo extensa variedade e potencial para estudar novas fibras. Aliado ao desenvolvimento das regiões rurais e ribeirinhas que não apresentam uma forte economia, permitindo um outro cenário a empregabilidade da população envolvida na produção de fibras. Assim, uma variedade extensa de estudos voltados ao uso de uma matriz polimérica reforçada com fibras naturais lignocelulósicas para proteção balística confirma tal empregabilidade (LUZ et al., 2015; SILVA et al., 2018; BRAGA et al., 2018; ABTEW et al., 2019; OLIVEIRA et al., 2019).

A planta de Junco-sete-ilhas (*Cyperus malaccensis* Lam.) apresenta poucas informa-

ções referentes a estudos em aplicações de caracterização, composição e estrutura de suas fibras. Entretanto, um estudo recente revelou algumas propriedades como deflexão e rigidez à flexão (SHIOYA et al., 2019). A planta se encontra em grande quantidade na região do Vale do Ribeira no estado de São Paulo, na cidade de Registro onde o cultivo é concentrado. Portanto, o presente trabalho busca explorar propriedades mecânicas, térmicas e estruturais dessa fibra, ainda ausentes na literatura. Sendo, assim, extremamente importante investigar esses comportamentos específicos da fibra baseado no seu elevado valor de contribuição ao conhecimento científico. Além de desenvolver um material compósito reforçado com fibras orientadas preferencialmente na direção de carregamento, buscando avaliar propriedades destinadas a aplicação balística, bem como outras possíveis aplicações futuras para esse material.

## 1.1 JUSTIFICATIVA DO TRABALHO

O presente trabalho foi elaborado levando em consideração a preocupação global em desenvolver novos materiais ambientalmente sustentáveis e capazes de fornecer desempenho similar aos comercialmente utilizados, aliado a um menor custo e um menor impacto negativo ao meio ambiente. Além disso, estudos que buscam desenvolver materiais alternativos para proteção balística a nível pessoal é de interesse do Exército Brasileiro, dessa forma o departamento de engenharia de materiais do Instituto Militar de Engenharia (IME) investe recursos em pesquisas voltadas a esse tipo de aplicação. Os materiais compósitos reforçados com FNLs, por sua vez, demonstram desempenho balístico satisfatório, juntamente com um baixo custo e baixo peso desses materiais. Em busca de expandir a utilização de matéria prima nacional e auxiliar o desenvolvimento de regiões menos favorecidas economicamente, o presente trabalho propõe caracterizar a fibra de junco-sete-ilhas e incorporar em resina epóxi tendo em vista sua aplicação em ensaios balísticos. Além disso, a caracterização do material pode ser utilizada na busca de outras aplicações convencionais ou estruturais, conferindo contribuições originais para o estado da arte no campo de materiais compósitos.

## 1.2 OBJETIVOS DO TRABALHO

### 1.2.1 OBJETIVO GERAL

A finalidade do presente trabalho consiste em caracterizar mecanicamente, termicamente e estruturalmente as fibras de junco-sete-ilhas através da investigação e análise das propriedades resultantes após sua incorporação em compósitos com matriz epóxi. Averiguar estruturalmente e termicamente esse compósito, além de avaliar o desempenho desse compósito quanto à absorção de energia proveniente de um projétil de chumbo de 5,5mm (.22 polegadas) para armas de ar comprimido. As fibras de junco-sete-ilhas foram

agrupadas preferencialmente na direção de carregamento na matriz epoxídica nas frações de 10, 20 e 30% em volume, considerando a formulação normalmente utilizada na literatura para fibras naturais e as limitações geométricas do molde metálico. Os resultados das propriedades mecânicas foram comparados a estudos semelhantes de outros compósitos reforçados com fibras naturais.

## 1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Buscando atingir o objetivo geral, os seguintes objetivos específicos foram determinados:

- Caracterização da fibra de Junco-sete-ilhas
  - a) Construção de histograma a partir da distribuição de frequência das dimensões da seção transversal das fibras, juntamente à variação de densidade de acordo com a distribuição de frequência;
  - b) Verificar as propriedades mecânicas das fibras, divididas por intervalos de diâmetro, além de caracterizar e avaliar o material microestruturalmente através da utilização do microscópio eletrônico de varredura (MEV);
  - c) Avaliar a massa específica das fibras pela técnica de picnometria gasosa e densidade linear geométrica;
  - d) Caracterizar a composição química com o intuito de definir o teor de lignina, celulose, hemicelulose. Além de verificar o teor de umidade das fibras de junco-sete-ilhas;
  - e) Verificar o comportamento mecânico de escorregamento de fibras embutidas na resina epóxi;
  - f) Analisar a composição química das fibras através de análises de espectroscopia vibracional no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR);
  - g) Verificar o espectro de difração de raios X (DRX), assim como o ângulo microfibrilar (AMF) e o índice de cristalinidade da fibra;
  - h) Avaliar as propriedades térmicas por meio dos ensaios de termogravimetria (TGA) e de calorimetria diferencial de varredura (DSC).
- Caracterização do compósito reforçado com fibra de Junco-sete-ilhas
  - a) Verificar as propriedades mecânicas dos compósitos em diferentes frações volumétricas através do ensaio de tração. Analisar as micrografias em MEV das superfícies de fratura buscando avaliar os tipos de mecanismos de falha atuantes;
  - b) Avaliar a energia de impacto Izod absorvida pelos compósitos em diferentes frações volumétricas e verificar os mecanismos de fratura por meio de micrografias obtidas pela utilização de um MEV;

c) Analisar as propriedades térmicas para os compósitos através do ensaio de TGA e DSC;

d) Analisar a composição química dos compósitos reforçados com fibras através de análises de FTIR;

e) Comparar o desempenho de placas de compósitos submetidas a ensaio balístico com munição de calibre .22 (polegada) com resultados de trabalhos anteriores utilizando compósitos poliméricos reforçados com diferentes fibras naturais lignocelulósicas. Analisar os mecanismos de falha através de micrografias obtidas em MEV, além de uma análise macroscópica das amostras após o impacto balístico.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 FIBRAS NATURAIS

As fibras naturais são conhecidas por ser um recurso renovável e amplamente utilizados por milênios por meio de materiais derivados dessas fibras como cordas, cestas e esteiras. Essas fibras são adquiridas de variadas fontes de origem animal, mineral e vegetal como as lignocelulósicas. (BLEDZKI; GASSAN, 1999).

Nos últimos anos, a crescente preocupação com recursos não renováveis se tornando cada vez mais limitados e juntamente ao interesse da comunidade científica em procurar materiais ambientalmente favoráveis e sustentáveis. Essa busca ocasionou em uma tendência ao desenvolvimento e uso de fibras naturais oriundas de vegetais em especial as FNLs como reforço em compósitos usados em muitas aplicações de engenharia. (SAHEB; JOG, 1999; KU et al., 2011; THAKUR; SINGHA; THAKUR, 2013; SABA et al., 2016; GÜVEN et al., 2016; LOTFI et al., 2019).

Se comparadas aos compósitos reforçados com fibras sintéticas, os compósitos baseados em fibras naturais apresentam baixo custo, peso leve, são biodegradáveis, abundantes, apresentam alta resistência mecânica específica, rigidez específica e demandam pouca tecnologia para sua extração. Entretanto apresentam certas desvantagens como baixa resistência ao fogo, baixa estabilidade térmica e absorção de umidade o que gera má adesão superficial entre a fibra/matriz. Entretanto por meio tratamentos físicos, químicos e um método de extração adequado das fibras que buscam melhorar propriedades mecânicas e aprimorar a adesão interfacial entre fibra/matriz. Sendo assim, se torna viável o estudo de diversas FNLs. (BLEDZKI; GASSAN, 1999; PICKERING; EFENDY; LE, 2016; SANJAY et al., 2018; PEÇAS et al., 2018; LOTFI et al., 2019).

O Brasil se encontra em uma posição destacável em relação à produção de fibras naturais, produzindo uma grande diversidade dessas fibras. Devido a um extenso território, biodiversidade e condições climáticas favoráveis que contribuem para conferir uma disponibilidade de materiais que podem ser usados como material de engenharia e na indústria têxtil. (SATYANARAYANA; GUIMARÃES; WYPYCH, 2007).

### 2.2 FIBRAS NATURAIS LIGNOCELULÓSICAS (FNLs)

As fibras obtidas de vegetais são conhecidas também como fibras lignocelulósicas. Esse termo utilizado na literatura, por sua vez, indica a predominância de celulose e lignina na estrutura da fibra vegetal natural. Outro aspecto relevante das fibras está diretamente

ligado ao fato das fibras serem compósitos naturais complexos. Como mostrado na FIG. 2.1. as fibras naturais são bastante heterogêneas por depender do tipo de colheita, solo, fertilizantes utilizados, folhas, frutos ou caule dos vegetais. (JOHN; THOMAS, 2008; MONTEIRO et al., 2011).

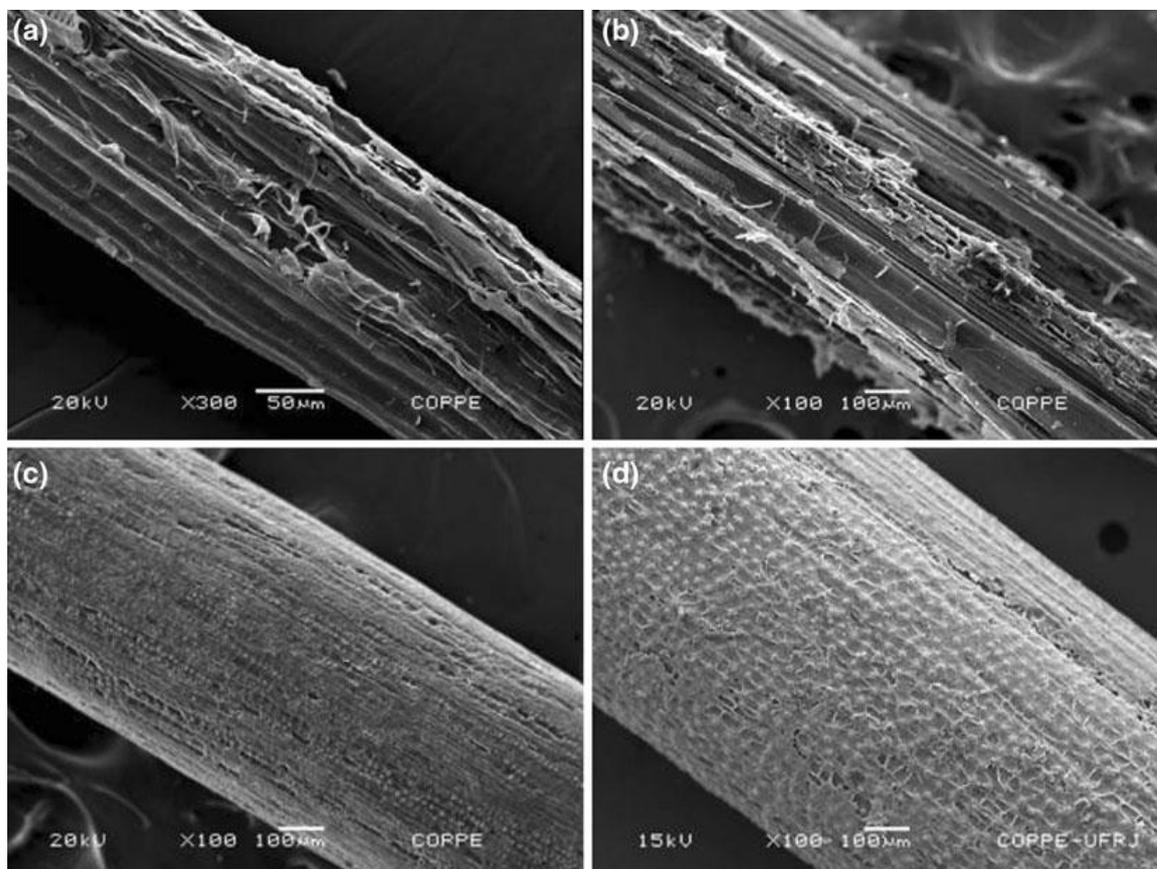


Figura 2.1 – MEV da superfície de FNLs: (a) Sisal, (b) bambu, (c) coco e (d) piçava. (MONTEIRO et al., 2011).

As propriedades inerentes às fibras naturais mudam consideravelmente devido a alguns fatores como a idade da planta e de onde foram retiradas, por exemplo, caule, folha ou semente. Além disso, propriedades de uma única fibra são dependentes do formato, tamanho, cristalinidade, orientação e espessura da parede celular. No caso das fibras sintéticas como a fibra de aramida, de vidro ou de carbono, são formuladas com propriedades pré-definidas, por outro lado as propriedades inerentes às fibras naturais se alternam notavelmente. As fibras são agrupadas conforme a TAB. 2.1. (GHOLAMPOUR; OZBAKKALOGLU, 2020).

Tabela 2.1 – Origem de algumas fibras importantes.

<b>Origem</b>	<b>Fibras</b>
Folha	Sisal, Curauá, piaçava
Sementes	Algodão
Fruto	Casca de Coco
Caule	Linho, juta, malva e rami.
Madeira	Eucalipto e pinho
Gramíneas	Bambu, Bagaço de cana.

Fonte – ( Adaptado de JOHN; THOMAS, 2008).

A composição química das fibras vegetais, quando o teor de umidade é eliminado, consiste principalmente por celulose, hemicelulose e lignina. Por esse motivo essas fibras são classificadas como compósitos naturais, onde as microfibrilas de celulose envolvem e reforçam uma matriz formada de hemicelulose e lignina. A composição química varia de acordo com o tipo de planta e isso pode ser observado de acordo com a TAB. 2.2 que relaciona os principais constituintes químicos para algumas fibras distintas. (MOHANTY; MISRA; DRZAL, 2002; FARUK et al., 2012; SOOD; DWIVEDI, 2018).

Tabela 2.2 – Composição química de algumas fibras.

<b>Fibra</b>	<b>Celulose (%)</b>	<b>Hemicelulose (%)</b>	<b>Lignina (%)</b>	<b>Ceras (%)</b>
Bagaço	55,2	16,8	25,3	-
Bambu	26-43	30	21-31	-
Linho	71	18,6-20,6	2,2	1,5
Kenaf	72	20,3	9	-
Juta	61-71	14-20	12-13	0,5
Cânhamo	68	15	10	0,8
Rami	68,6-76,2	13-16	0,6-0,7	0,3

Fonte – ( adaptado de FARUK, 2012).

A parede celular em uma fibra não é uma membrana homogênea. Cada fibrila possui uma complexa estrutura em camadas consistindo de uma camada primária, secundária e um vazio central representando o lúmen. Enquanto a primeira camada possui uma parede muito fina, sendo depositada durante o crescimento celular que envolve uma camada secundária. A segunda camada, por sua vez, é composta por três camadas e as propriedades mecânicas das fibras são determinadas pela espessura da camada média. A camada intermediária consiste em uma série de microfibrilas celulares enroladas de forma helicoidal que são formadas ao longo de uma cadeia de moléculas de celulose. O ângulo entre o eixo das fibrilas e das microfibrilas é conhecido como ângulo microfibrilar (AMF). O valor característico para esse parâmetro varia de uma fibra para outra. (BLEDZKI;

GASSAN, 1999; JOHN; THOMAS, 2008; OUSHABI, 2019). . A FIG. 2.2 demonstra a microestrutura de uma fibra natural.

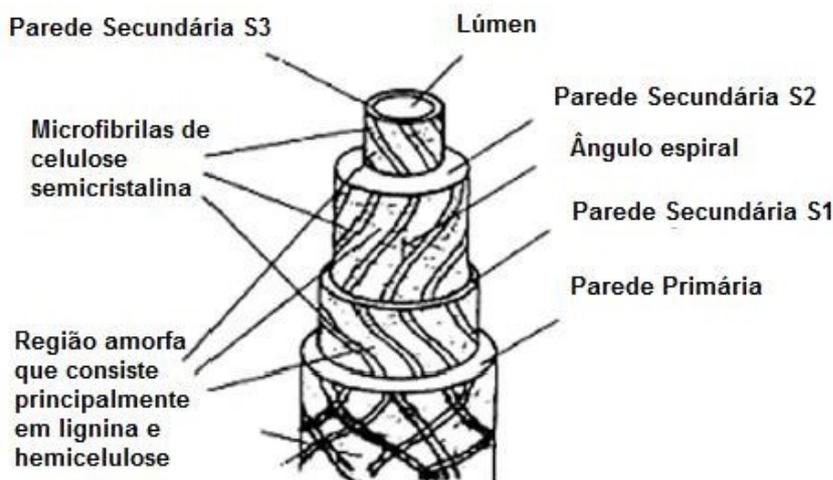


Figura 2.2 – Microestrutura de uma fibra.  
(JOHN; THOMAS, 2008)(adaptado).

A celulose é um polímero glucano hidrofílico consistindo de uma cadeia linear unidas por ligações  $\beta$ -1,4-glicosídicas que contém grupos hidroxilo alcoólicos. Esses grupos formam ligações de hidrogênio intramoleculares, dentro da própria macromolécula e entre outras macromoléculas de celulose, assim como grupos hidroxilo provenientes do ar. Dessa forma, todas as fibras lignocelulósicas possuem natureza hidrofílica (MOHANTY et al., 2000). A FIG. 2.3 mostra a estrutura da cadeia de celulose.

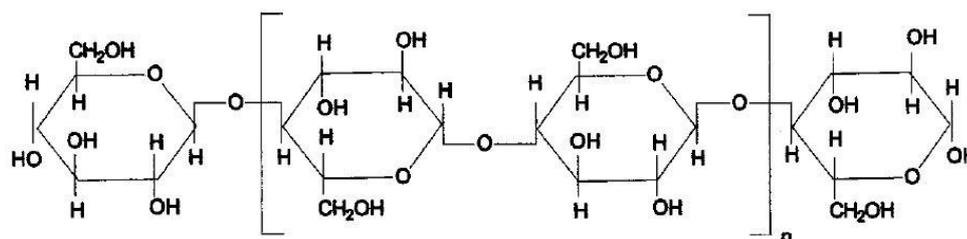


Figura 2.3 – Estrutura da cadeia de celulose.  
(JOHN; THOMAS, 2008) (adaptado).

A hemicelulose é um polissacarídeo com uma estrutura similar à da celulose, entretanto, apresenta características diferentes como alto grau de inter cruzamento e menor grau de polimerização, e constituída por diferentes açucares ao contrário da celulose (MOHANTY; MISRA; DRZAL, 2002).

A lignina é um polímero bioquímico que funciona como um material de suporte estrutural em plantas. A lignina preenche os espaços entre as fibras de polissacarídeos, os unindo. O processo de lignificação causa o enrijecimento da parede celular, além de ser

o constituinte mais estável termicamente. A estrutura da lignina é exibida na FIG. 2.4. (THAKUR; THAKUR; GUPTA, 2014).

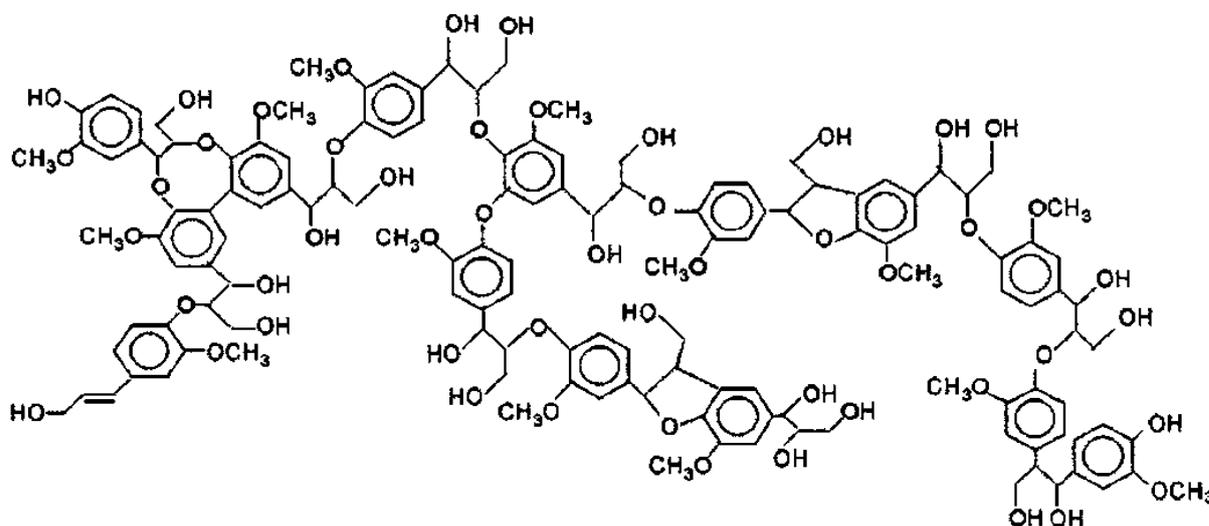


Figura 2.4 – Estrutura da cadeia de lignina.  
(MOHANTY; MISRA; DRZAL, 2005)(adaptado).

Quando as fibras sintéticas são comparadas com algumas fibras lignocelulósicas, é possível observar que as fibras vegetais apresentam boas propriedades mecânicas. A TAB. 2.3, demonstra algumas das propriedades de algumas FNLs comparadas às fibras sintéticas. É observado que as FNLs, de maneira geral, possuem baixa densidade se comparados às fibras sintéticas. A possibilidade da utilização como reforço em materiais compósitos possibilitando novos materiais com peso consideravelmente baixo e propriedades superiores, devido as características destas fibras. (MONTEIRO et al., 2011; SHAH, 2013).

Na TAB. 2.3 nota-se uma ampla dispersão nos valores das propriedades das FNLs. Devido a configuração de cada fibra ser influenciada pelos fatores que determinam o processo e o crescimento da complexa estrutura controlado pelo metabolismo celular vegetal. Esses fatores estão relacionados à quantidade de luminosidade no ambiente, composição do solo, abundância hídrica e até mesmo a variação genética de cada planta. Portanto propriedades mecânicas e físicas variam de uma fibra para outra. (ELANCHEZHIAN et al., 2018).

Tabela 2.3 – Propriedades das FNLs em comparação com as fibras sintéticas.

<b>Fibra</b>	$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	“ $\sigma$ ” (MPa)	“E” (GPa)	ÂMF (°)	Diâmetro ( $\mu$ m)
Carbono	1780 - 1810	2500 - 6350	230 - 400	-	-
Vidro E	2500 - 2580	2000 - 3450	70 - 73	-	-
Aramida	1440	3000 - 4100	63 - 131	-	-
Algodão	1550	300 - 700	6 - 10	20 - 30	11,5 - 17
Bambu	1500	575	27	-	10 - 40
Linho	1400 - 1500	500-900	50-70	5	17,8 -21,6
Cânhamo	1400 - 1500	310-750	30-60	6,2	17-23
Juta	1200 - 1500	200-450	20-55	8,1	15,9-20,7
Rami	1550	915	23	-	28,1-35
Abacá	1500	12	41	-	17-21,4
Banana	1300 - 1350	529-914	27-32	11-12	-
Abacaxi	1440 - 1560	413-1627	60-82	6-14	20-80
Sisal	1300 - 1500	80-840	9-22	10-22	18,3-23,7
Coco	1150 - 1250	106-175	6	39-49	16,2-19,5
Guarumã	-	614	21	7,3-8,2	7-27

Fonte – Adaptado de Monteiro et al. (2011), Jha et al. (2019), Reis et al. (2020).

Há uma tendência do acréscimo das propriedades mecânicas de algumas FNLs relacionadas ao inverso do diâmetro dessas fibras. Isso ocorre, devido à presença de menor quantidade de defeitos encontrados em fibras mais finas se comparadas às outras mais grossas, dessa forma as fibras encontradas em intervalos de menor diâmetro possuem maior resistência. A FIG. 2.5 exibe, a partir de dados experimentais da resistência a tração média de algumas FNLs, gráficos em função do diâmetro médio. (MOHANTY et al., 2000; SATYANARAYANA; GUIMARÃES; WYPYCH, 2007; PORTELA et al., 2009; JHA et al., 2019).

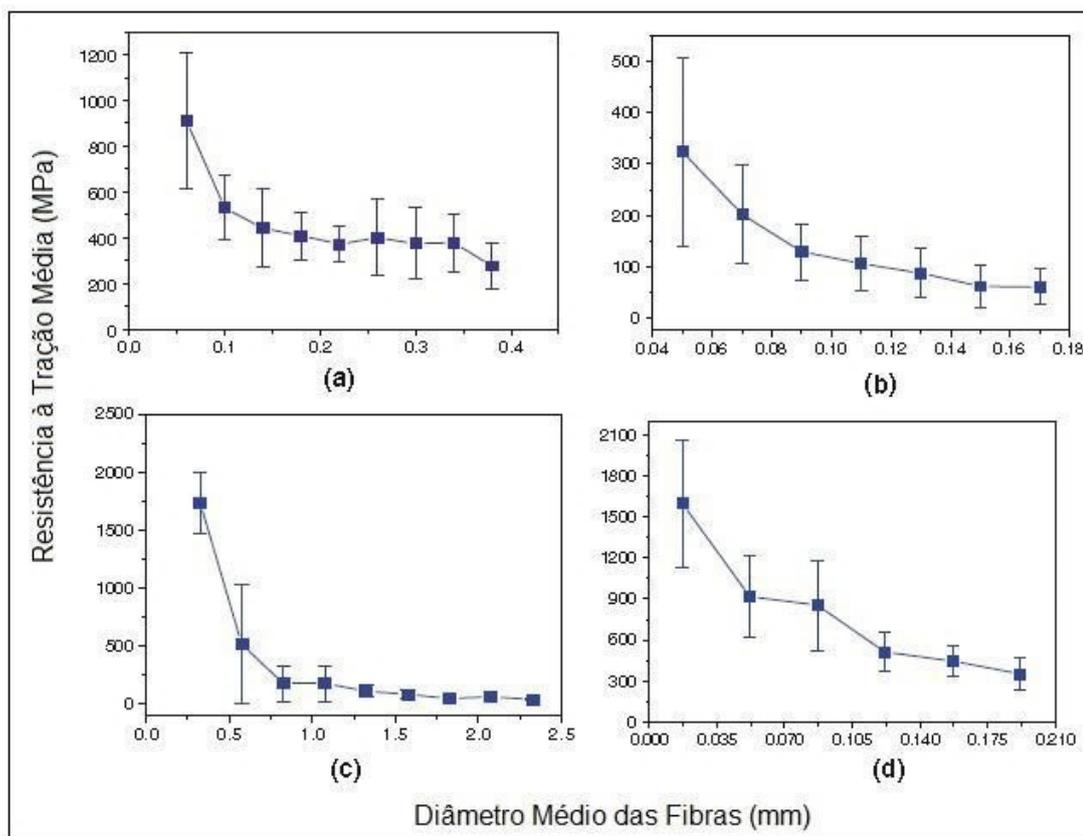


Figura 2.5 – Resistência média em função do diâmetro das fibras de sisal (a), juta (b), piaçava (c) e rami (d).

(MONTEIRO et al., 2011) (adaptado).

Além disso, segundo a literatura, o índice de cristalinidade e ângulo microfibrilar das FNLs possuem relação direta com propriedades mecânicas como o caso da resistência mecânica e o módulo de elasticidade. Dessa forma quanto maior for o teor de celulose presente e um baixo valor do AMF melhor serão as propriedades mecânicas. Embora outros fatores, sendo um deles, o tratamento superficial influencie diretamente na redução ou aumento dessas propriedades. (TELI; TEREÇA, 2019; HASSANI et al., 2020; REIS et al., 2020).

## 2.3 JUNCO-SETE-ILHAS (*Cyperus Malaccensis* Lam.)

O Junco-sete-ilhas (*Cyperus malaccensis* Lam.; Ordem, Cyperales; Família, Cyperaceae) conhecido, vulgarmente dessa forma por ser originário da região sete ilhas. Possui porte ereto, variando de 1,5 até 1,8 metros de altura e seu caule é utilizado na fabricação artesanal de esteiras, traveseiros, chinelos, palmilhas, cortinas, bolsas, amarrilhos, chapéus grosseiros e servindo como matéria prima para fabricação de papel. Dentre as características da *Cyperus malaccensis* vale destacar a ausência de nós em sua haste afiada, por ser longa e triangular com 2 a 3 folhas na ponta do caule. (HIROCE; JÚNIOR; FEITOSA,

1988; SHIOYA et al., 2019).

O Vale do Ribeira, situado no Sul do estado de São Paulo, se tornou hoje o único produtor desse tipo de junco na América e apresenta cerca de 50 hectares de área cultivada em várzea alagada. Essa planta é provavelmente originária de Sete Ilhas, Japão e foi introduzida pelo imigrante Shigeru Yoshimura em 1931. Devido as condições ecológicas locais o junco possui uma vantagem em sua produção, pois com a abundância de calor e umidade, a possibilidade da colheita ampliou para três vezes por ano, ao contrário do Japão em que ocorre somente uma vez. (HIROCE; JÚNIOR; FEITOSA, 1988; SCIFONI, 2008). A FIG.2.6 apresenta a planta de junco-sete-ilhas em sua zona de cultivo.

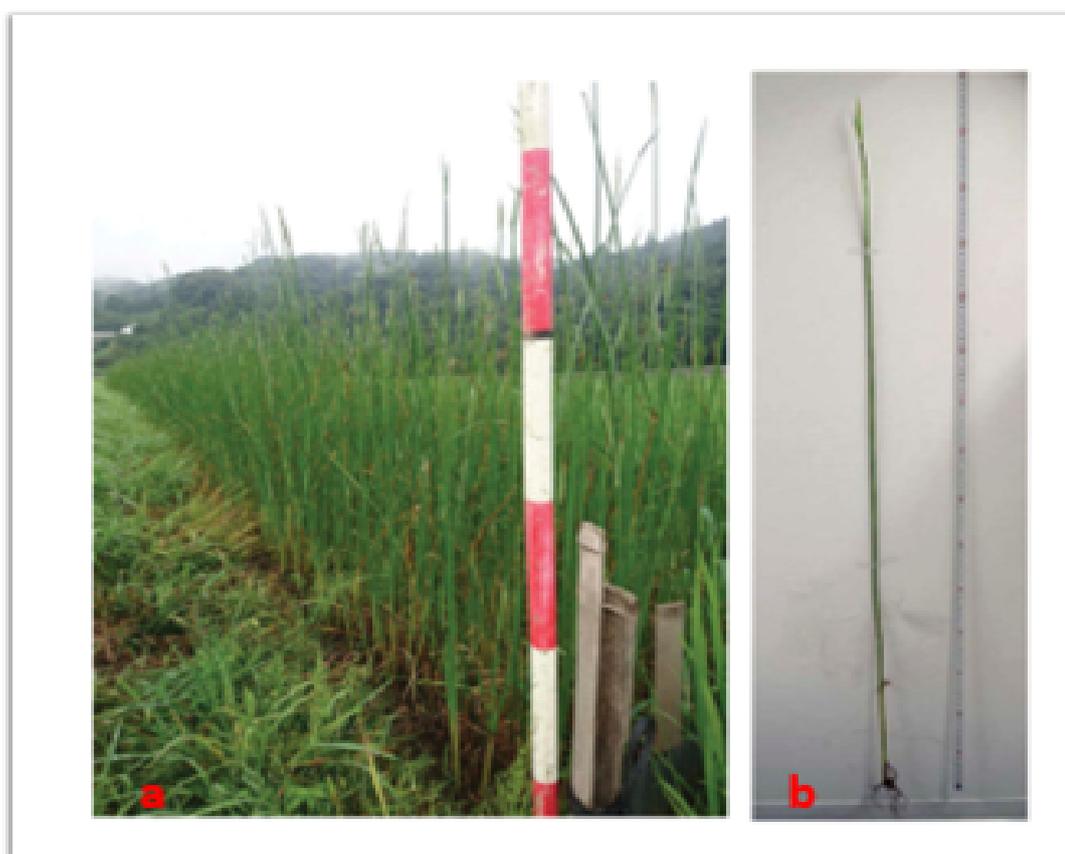


Figura 2.6 – (a) zona de cultivo da planta *Cyperus malaccensis* Lam. (b) caule com raízes da planta após colheita. (SHIOYA et al., 2019) (adaptado).

O processo de confecção das esteiras se inicia com uma espécie de desfibradeira, onde a haste é repartida em duas, ficando mais finas. Depois são espalhadas sobre o chão, para secar, quando adquirem um tom marrom. A FIG. 2.7 representa o processo de beneficiamento e confecção. (SCIFONI, 2008).



Figura 2.7 – Processo de confecção.  
(MICHELLETI, 2011) (adaptado).

Além do Brasil, pesquisas realizadas em diversos países na última década, dedicados ao estudo da planta de junco-sete-ilhas em áreas, como: biologia, agronomia e ciências ambientais. A FIG. 2.8 apresenta um gráfico exibindo o número de itens publicados ao longo dos anos relacionados ao termo “*Cyperus malaccensis Lam.*” Na data-base *Web of Science*. Apesar dessa plataforma apresentar somente três artigos publicados, existem diversos artigos publicados com o mesmo termo presentes na literatura.

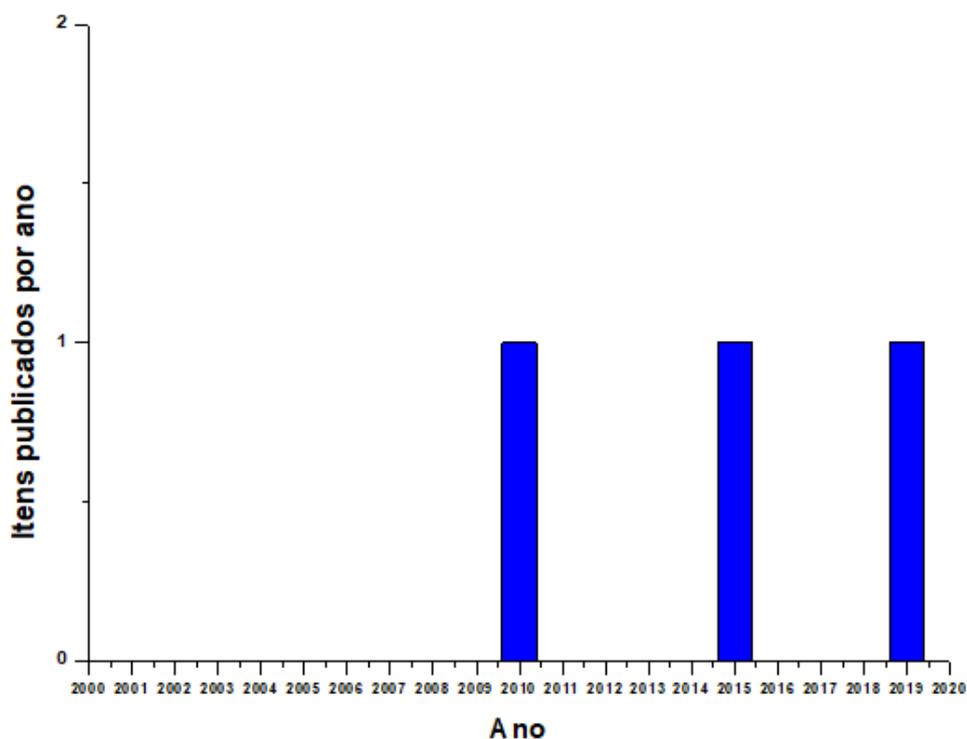


Figura 2.8 – Gráfico representando os artigos publicados ao longo dos anos relativos ao termo “*Cyperus malaccensis Lam.*” No *Web of Science*.

Nos últimos anos, alguns trabalhos se dedicaram ao estudo da planta *cyperus*

*malaccensis*. Alguns são voltados a regiões onde são cultivadas, especificamente em zonas úmidas, pois são regiões estimadas a contribuir de 20-39% de emissão global de Metano (CH<sub>4</sub>) gerados pelo cultivo dessa planta em específico, por sua vez é um potente gás de efeito estufa e contribui aproximadamente a 20% a radiação global (YANG et al., 2019). Estudos voltados ao acúmulo de metais pesados, responsáveis por causar uma variedade de problemas ambientais devido a sua toxicidade, em zonas de cultivo dessa planta se mostram relevantes. Além de estudos relacionados a preparação de esteiras na economia rural de Sundarbans. (MANNA; MUKHERJEE; ROY, 2016; SUN et al., 2019; LI et al., 2020).

Outros estudos envolvendo tópicos de interesse biológico como o padrão de decomposição da *Cyperus malaccensis* com um acúmulo de fungos na região de cultivo. Além de, pesquisas envolvendo como os efeitos da inundação das marés podem influenciar o ciclo biogeoquímico do ferro nos sedimentos da plantação de junco. Ainda, estudos de concentração de nutrientes e como espécies diferentes se relacionam em uma mesma região, são relevantes nesses estudos. (SRIDHAR; KARAMCHAND; SUMATHI, 2010; WANG et al., 2015; LUO et al., 2016).

Entretanto, no último ano, foi desenvolvido um trabalho dedicado ao estudo de propriedades dos caules de junco-sete-ilhas, sendo Shioya e colaboradores (2019) os primeiros a determinar a frequência natural, coeficiente de amortecimento e rigidez à flexão com auxílio do método de elementos finitos. A FIG. 2.9 demonstra um perfil triangular da estrutura da seção transversal do caule dessa planta (SHIOYA et al., 2019).

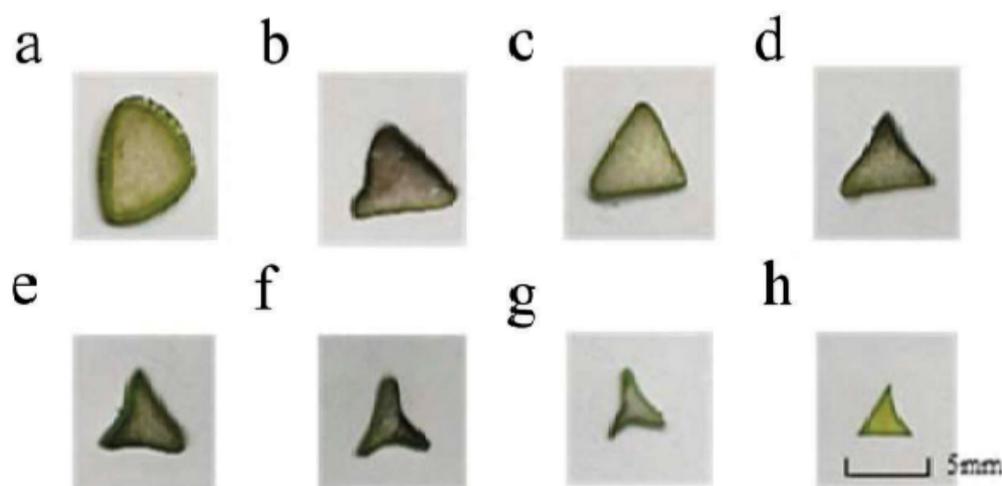


Figura 2.9 – Seção transversal do caule da *Cyperus malaccensis*. (a) indica a região próxima à raiz; (b-g) indica a posição em múltiplos crescentes de 15 cm a partir da posição a; (h) indica o topo do caule no qual as folhas crescem. (SHIOYA et al., 2019) (adaptado).

O gênero botânico *Cyperus* pertence à família *Cyperaceae* e possui entre 650 a 700

espécies espalhadas ao redor do mundo. Algumas espécies existentes são utilizadas nas fabricações de tapeceiras, mais especificamente a *C. articulatus*, *C. corymbosus*, *C. iria*, *C. pangorei* e *C. malaccensis* (BENAZIR et al., 2010). Algumas espécies desse gênero botânico foram pesquisadas e estudadas como um possível material de engenharia, dentre as espécies, a *Cyperus pangorei* foi amplamente pesquisada tanto em relação as suas propriedades físicas, químicas, estruturais e sua aplicação em compósitos de matriz de poliéster e um compósito híbrido de matriz epóxi (BENAZIR et al., 2010; MAYANDI et al., 2016; VIJAY; SINGARAVELU, 2018). Outra fibra que foi explorada como reforço em uma matriz de polipropileno foi a *Cyperus esculentus* em um estudo que buscou investigar propriedades térmicas e mecânicas desse compósito. (BABU et al., 2020).

De acordo com o site Gbif (2020) o qual fornece informações de diversas espécies vegetais no mundo. A *Cyperus malaccensis* Lam. se encontra presente em diversos países como o Japão, China, Austrália, Indonésia, Índia, Filipinas e Tailândia. Entretanto não fornece nenhum dado relacionado a ocorrência dessa espécie no Brasil. Conforme pode ser observado na FIG. 2.10.



Figura 2.10 – Locais em que a planta da espécie *Cyperus malaccensis* está presente (GBIF, 2020) (adaptado).

## 2.4 RESINAS POLIMÉRICAS

A humanidade utilizou polímeros naturais durante séculos. Contudo, o avanço tecnológico, por meio da pesquisa, possibilitou a investigação e posterior sintetização

de complexas estruturas. Atualmente muito utilizadas, devido a necessidade de utilizar materiais de baixo custo e bom desempenho provocado pelo aumento no consumo mundial e acarretando o desenvolvimento de resinas poliméricas de alto desempenho que são amplamente utilizadas. (BRYDSON, 1966; JR; RETHWISCH, 2016).

Dessa forma os polímeros podem ser sintéticos ou naturais. Em vista de vários polímeros naturais são incluídos a celulose, seda, lignina, lã e látex natural. Exemplos de polímeros sintéticos são o Nylon, silicone e o PVC. A polimerização é conhecida como a reação química responsável por conduzir a formação de grandes moléculas (polímeros), a partir de pequenas moléculas conhecidas como monômeros. (PAOLI, 2009).

Uma forma usual de se classificar os polímeros é segundo o comportamento mecânico, estrutura química e características tecnológicas. Segundo a estrutura química da cadeia polimérica os polímeros são distribuídos em grupos como o poliéster, poliuretanos, poliacetais, poliamidas. Em relação ao comportamento mecânico os polímeros são divididos em: elastômeros, fibras, plásticos ou borrachas. (MANO, 2001).

Levando em consideração as características tecnológicas de fusibilidade os polímeros são divididos em termorrígidos e termoplásticos. Os termorrígidos são polímeros em rede, apresentando ligações cruzadas covalentes entre as cadeias adjacentes, sendo exigida altíssimas energias para romper estas ligações, por meio de um aquecimento a elevadas temperaturas, provocando a degradação do polímero. Através dos processos térmicos essas ligações envolvem as cadeias umas às outras e assim apresentam uma boa resistência em altas temperaturas, à trepidação e aos movimentos de rotação dessa estrutura. Perante esses fatos, os polímeros termorrígidos se tornam mais resistentes e duros se comparados aos termoplásticos, além de possuir melhor estabilidade dimensional. Os grupos funcionais dos polímeros que abrangem os termorrígidos são: aminas, epóxis, silicone, fenólicos e poliésteres. Askeland e Phulé (2008), Jr e Rethwisch (2016).

Por outro lado, os termoplásticos possuem estruturas ramificadas ou lineares. Ademais, as ligações entre átomos de diferentes cadeias são um pouco fracas, por serem ligações de Van der Waals. Em virtude da força dessas ligações os termoplásticos amolecem quando são aquecidos e enrijecem quando são resfriados. Os termoplásticos muito utilizados comercialmente e industrialmente são o polietileno (PE), o policloreto de vinila (PVC), o polipropileno (PP), poliestireno (PS), a poliamida (PA), dentre outros. (JR; RETHWISCH, 2016).

### 2.4.1 RESINA EPÓXI

Epóxi vem do grego “EP” (entre ou sobre) e do inglês “OXI” (oxigênio), ao pé da letra possui o significado de oxigênio entre carbonos. Em essência, remete a um grupo formado por um de oxigênio ligado a dois átomos de carbono. As resinas epóxi são

conhecidas desde a década de 40 e são empregadas em inúmeras áreas, isso acontece devido a sua boa resistência e baixo custo quando comparadas às outras resinas utilizadas no mercado. Os epóxis estão classificados na classe dos polímeros termorrígidos, essas moléculas são polimerizadas com o intuito de construir cadeias e, dessa forma, entram em reação química com agentes de cura para dar condições de se iniciar o processo de reticulação. (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

As resinas epoxídicas são uma das mais relevantes dentre as classes de polímeros termoestáveis, por serem utilizadas em diversas aplicações estruturais ou como revestimentos e adesivos. Isso ocorre devido a um fácil processamento, boas propriedades elétricas, boa resistência térmica, boa resistência química e apresentar uma alta força de tensão. Entretanto, possui uma grande deficiência em alguns tipos de aplicações ocasionados pela baixa resistência à fratura. (PIRES et al., 2005).

Essas resinas possuem em sua molécula grupos glicidila, além de possuírem uma estrutura tridimensional gerada a partir de uma reação do grupo glicidila com um endurecedor (agente reticulante). O componente que possui o grupo epóxi é a epocloridrina responsável por reagir com espécies químicas que exibem hidrogênios ativos. O bisfenol A é a espécie mais comum, em relação a possuir hidrogênios ativos. A estrutura química da resina epóxi, o diglicidil éter do bisfenol A (DGEBA), é representado na FIG. 2.11. (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

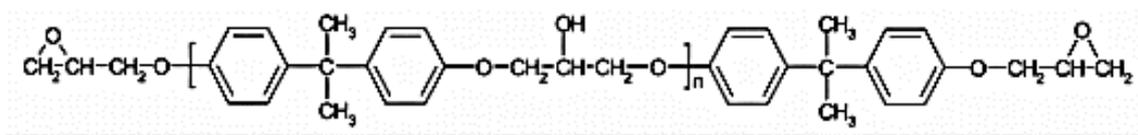


Figura 2.11 – Estrutura química do DGEBA.  
(BOUTIN et al., 2020) (adaptado).

A excepcional adesão exibida por estes polímeros é correspondente a polaridade dos grupos éteres e hidroxilas alifáticas, constantemente, constituindo a cadeia da resina inicial e a rede do sistema curado. A polaridade desses grupos possui função de produzir forças de interação entre a superfície adjacente e a molécula epóxi, consolidando o seu uso como revestimento e adesivo. No caso do emprego em compósitos, a presença desses grupos polares minimiza problemas inerentes a interface reforço/matriz. (RUSHING; THOMPSON; CASSIDY, 1994).

A resina epóxi (DGEBA) é uma das resinas epoxídicas mais extensivamente empregadas devido a sua maior resistência química, boas propriedades térmicas, aderência efetiva, resistência a corrosão, estabilidade dimensional e alta resistência a adesão de vários substratos. Portanto, essas propriedades concedem diversas aplicações em diferentes campos como o de revestimento, adesivo, pintura, componentes para automóveis e outras

aplicações de engenharia. Algumas propriedades mecânicas são exibidas na TAB. 2.4. (KUMAR et al., 2019).

Tabela 2.4 – Propriedades mecânicas da resina epoxídica.

E (GPa)	$\sigma$ (MPa)	AL (%)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	K <sub>IC</sub> (MPa.m <sup>1/2</sup> )
2,41	27,60 a 90	3-6	1,10-1,40	0,60

Fonte – Adaptado de CALLISTER e RETHWISCH, 2016.

Após a adição de um endurecedor, agentes de cura, as resinas epóxis se transformam em polímeros termorrígidos, acontecendo o que é comumente conhecido como reação de cura. Podendo ocorrer esse processo tanto em temperaturas elevadas quanto a temperaturas ambientes, dependendo apenas de qual propriedade é desejada no final do processo ou dos produtos iniciais utilizados. Em média os sistemas com epóxi mostram pequenos valores de contração de 2%, após a cura. Indicando a necessidade de um baixo grau de rearranjo molecular para formar o sistema curado. Em respeito à estabilidade química, o epóxi é um dos termorrígidos mais inertes e possui boa estabilidade dimensional em serviço (ASKELAND; PHULÉ, 2008; JR; RETHWISCH, 2016). A FIG. 2.12 demonstra a reação de produção da resina epóxi DGEBA.

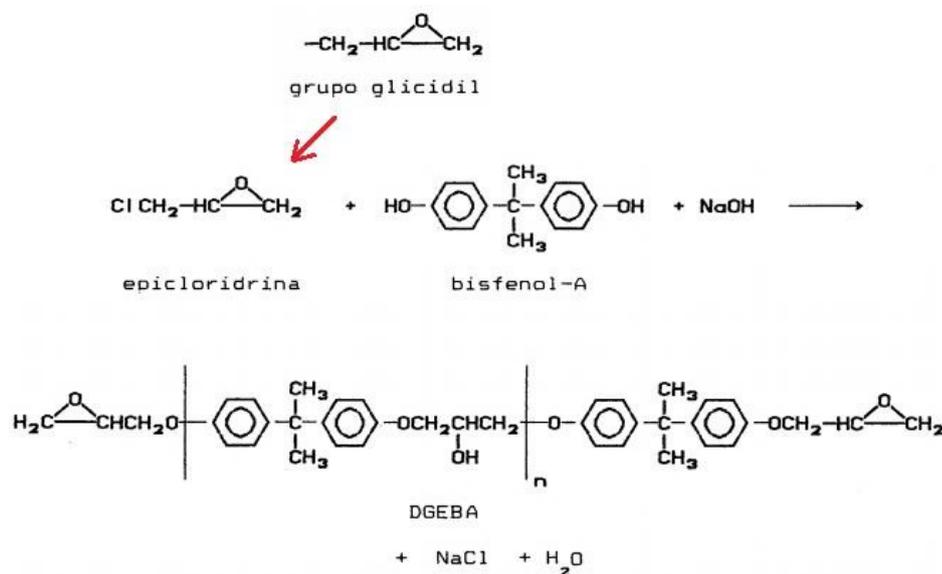


Figura 2.12 – Reação de produção da resina epóxi. (BEZERRA, 2020) (adaptado).

## 2.5 MATERIAIS COMPÓSITOS

Essa classe de materiais pode ser definida como um composto por, ao menos, dois materiais pertencentes associados aos grandes grupos de materiais: poliméricos,

cerâmicos e metálicos. Ao unir as fases com o objetivo de adquirir um material compósito, forma-se um novo material com propriedades únicas e diferentes dos materiais de origem. Estas fases necessitam possuir uma afinidade química minimamente favorável de forma a se criar uma interface. Sendo assim, os materiais compósitos podem ser criados e são empregados mundialmente para sanar diferentes necessidades da engenharia. Geralmente ao se desenvolver um material compósito, é utilizada uma fase ou mais denominada de fase reforço dispersa em uma fase matriz de modo que o reforço aprimore determinadas propriedades da matriz, o reforço suporta a carga aplicada enquanto a matriz une os materiais de reforço e distribui a carga entre eles. (CHAWLA, 2012; JR; RETHWISCH, 2016; SHEKAR; RAMACHANDRA, 2018).

Existem diversos tipos de compósitos, e exemplos de possíveis configurações com diferentes tipos de reforço são mostrados na FIG. 2.13. O material da matriz pode ser metálico, cerâmico ou polimérico, embora de longe a maior proporção de compósitos na indústria são baseados em polímeros. (CLYNE; HULL, 2019).

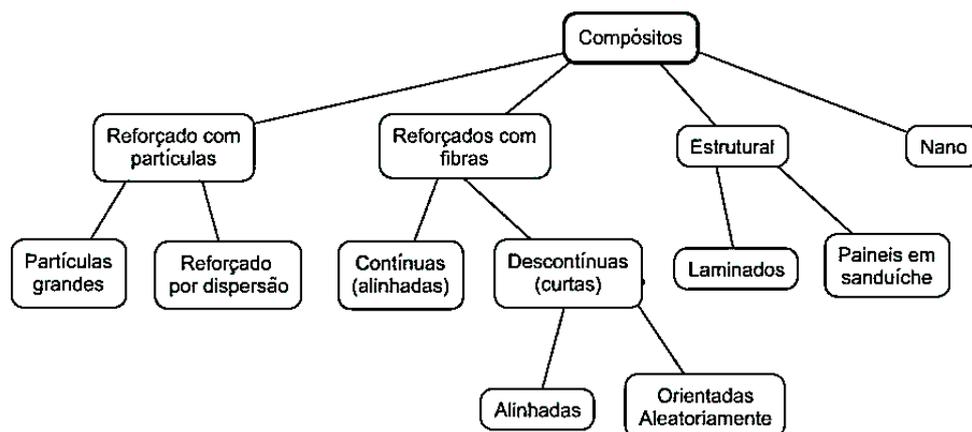


Figura 2.13 – Classificação dos materiais compósitos.  
(CALLISTER, JR.; W.D.; RETHWISCH, 2016) (adaptado).

As propriedades dos compósitos são determinadas dentro de certas condições a partir da regra das misturas, considerando que a propriedade do material é concedida pela média ponderada das propriedades das fases presentes. Geralmente ocorrem desvios dessa regra, pelo fato de levar em conta condições ideais, como uma interface perfeita, contudo pode ser empregada como uma verificação das propriedades da interface por comparação ou como uma previsão aproximada das propriedades de um compósito. A regra das misturas é demonstrada na EQ. 3.3 (CALLISTER, JR.; W.D.; RETHWISCH, 2016).

$$E_{\text{comp}} = E_m \cdot V_m + E_f \cdot V_f \quad (2.1)$$

Onde:

$E_{\text{comp}}$  – módulo de elasticidade do compósito;

$E_m$  – módulo de elasticidade da matriz;

$V_m$  – fração volumétrica da matriz;

$E_f$  – módulo de elasticidade da fibra;

$V_f$  – fração volumétrica da fibra.

Os compósitos reforçados com fibras pertencem ao grupo de maior importância devido à possibilidade de projetar materiais com alta resistência específica e alto módulo de elasticidade, assim conferindo diversas aplicações tecnológicas. A fase dispersa nesse compósito se encontra em forma de fibras. As propriedades finais dependem da ligação interfacial entre fibra e a matriz. Sendo assim, o reforço necessita que a fibra tenha uma interface com boa aderência e certo comprimento crítico ( $l_c$ ), sendo influenciado diretamente pela tensão de escoamento ao cisalhamento da matriz, diâmetro e do limite de resistência à tração da fibra. As fibras que possuem um comprimento 15 vezes maior que o comprimento crítico são consideradas contínuas, da mesma forma, as que forem menores são consideradas como curtas ou descontínuas (CALLISTER, JR.; W.D.; RETHWISCH, 2016). A EQ. 2.2 demonstra a relação entre os parâmetros que determinam o comprimento crítico da fibra.

$$l_c = \frac{(\sigma_f \cdot d)}{(2 \cdot \tau)} \quad (2.2)$$

Onde:

$l_c$  – comprimento crítico da fibra;

$\sigma_f$  – limite de resistência à tração da fibra;

$d$  – diâmetro da fibra;

$\tau$  – tensão de escoamento ao cisalhamento da matriz.

### 2.5.1 MATRIZ POLIMÉRICA REFORÇADA COM FIBRAS NATURAIS

Atualmente o interesse no emprego de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras naturais tem aumentado. Esses compósitos não exigem muita energia para o seu processamento e apresentam baixo custo. Além disso, a produção de fibras naturais necessita de menos energia se comparado as fibras sintéticas como a de vidro. Cada tipo de fibra lignocelulósica tem características morfológicas específicas em sua superfície, afetando de diversas maneiras o comportamento mecânico dos compósitos, sendo capaz de melhorar as suas propriedades mecânicas de forma satisfatória. O uso dessas fibras em materiais compósitos é fortemente promissor, visando um futuro que utilize materiais ecologicamente

corretos, resistentes e com baixo custo. (SUMMERSCALES et al., 2010; ZINI; SCANDOLA, 2011; BALLA et al., 2019).

Compósitos poliméricos são confeccionados por uma matriz termorrígida ou termoplástica possuindo função de acomodar adequadamente a fase dispersa e transportar a essa a tensão aplicada. Para aplicações estruturais os polímeros termorrígidos são os mais comumente aplicados, produzindo produtos com alta resistência. Uma das resinas mais empregadas como matriz em compósitos é a resina epóxi, devido a proporcionar baixas taxas de contração do material durante a cura e promove uma ótima aderência à fibra (MONTEIRO et al., 2009). Foi descoberto que os compósitos reforçados com fibras naturais possuem melhores resistências elétricas, alta resistência à fratura, boas propriedades mecânicas e boas propriedades térmicas (SANJAY et al., 2018). Alguns compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas (CFNL) estão apresentados na TAB. 2.5.

Tabela 2.5 – Propriedades mecânicas de diferentes CFNLs para diferentes matrizes e frações de fibras.

<b>Matriz</b>	<b>Fibra</b>	<b>Vf (%)</b>	<b><math>\sigma</math> (Mpa)</b>	<b><math>\sigma_{flexão}</math>(Mpa)</b>	<b>E (GPa)</b>
Epóxi	Sisal	37-77	183-410	290-320	6-20
Epóxi	Linho	46-54	280-279	-	35-39
Ácido poliláctico	Rami	30	66,8	-	-
Polipropileno	Juta	30	47,9	-	5,8
Polipropileno	Linho	30	29,1	-	5

Fonte – Adaptado de BALLA, 2019

Os compósitos mais empregados e importantes tecnologicamente são os que possuem a fase reforço em forma de fibra. Tendo como principal objetivo aliar uma boa rigidez e resistência com baixa densidade para a fibra e matriz. (JR; RETHWISCH, 2016).

A qualidade da interface fibra-matriz é fundamental e muito significativa para o uso das fibras naturais como reforço para materiais plásticos. Podendo comprometer diretamente o comportamento mecânico final de um material compósito. Além disso, a adesão entre a matriz e a fibra é função de fatores diversos, como o nível da rugosidade presente entre as superfícies de contato. (BLEDZKI; GASSAN, 1999; PARK et al., 2006).

A interface fibra/matriz é a principal responsável pela transferência de carga da matriz para o reforço, por sua vez, essas propriedades se tornam específicas para cada sistema. Fibras resistentes com alta deformação de ruptura elevam o patamar da energia envolvida na fratura dos compósitos, além disso o comportamento tensão-deformação das fibras influencia diretamente a tenacidade de compósitos reforçados por elas. (JR; RETHWISCH, 2016).

A natureza hidrofílica é a principal desvantagem da fibra natural atua provocando

uma incompatibilidade entre a fibra e a matriz relativa a alta absorção de umidade. Portanto, modificações na superfície da fibra levam a um aumento na adesão entre a interface fibra/matriz e um aumento nas propriedades das fibras. As possíveis classificações de modificações são as químicas e as físicas. Contudo a operação de tratamento resulta em um custo adicional e diminui a competitividade econômica das fibras naturais em relação às fibras sintéticas. (BLEDZKI; GASSAN, 1999; MONTEIRO et al., 2009; SATYANARAYANA; ARIZAGA; WYPYCH, 2009; FARUK et al., 2014; KOOHESTANI et al., 2019).

Dessa forma é possível afirmar que alguns fatores como a maturidade, boa seleção das fibras, métodos de processamento adotados para a extração das fibras e quando houver necessidade aliar a um tratamento superficial, se torna essencial para a obtenção de compósitos de alto desempenho. Assim a qualidade das fibras naturais e grande parte das propriedades mecânicas e tribológicas do comportamento dos compósitos dependem desses fatores. (SANJAY et al., 2019).

A fração em peso das fibras afeta diretamente as propriedades relacionadas à resistência à tração e flexão dos compósitos reforçados com fibras naturais. Essas propriedades crescem gradualmente e depois decrescem após alcançar um valor de pico correspondente a uma fração ideal de peso para fibra. Entretanto, esse valor não é fixo e varia de fibra para fibra. (KHAN; SRIVASTAVA; GUPTA, 2018).

Diversos mecanismos são responsáveis pela absorção de energia de compósitos fibrosos submetidos a cargas de impacto, como, a deformação elástica do compósito, o cisalhamento das camadas, a delaminação entre as camadas e a tensão à fratura das fibras. A delaminação é a separação das fases dos compósitos e ocorre segundo alguns fatores, sendo por causa de uma baixa molhabilidade das fibras, falta de reforço na direção da espessura ou direção transversal e existência de fibras de reforço com alto grau de impureza. O surgimento de novas superfícies, em consequência da separação das camadas, provoca a absorção da energia de impacto na delaminação. (GHASEMNEJAD et al., 2012).

## 2.6 COMPORTAMENTO DINÂMICO DOS MATERIAIS

Quando um material está submetido a cargas que alternam ligeiramente podem ter uma diferença expressiva do material que está submetido a condições quase estáticas ou estáticas. (MEYERS, 1994).

Um processo é definido como dinâmico ou estático de acordo com a taxa de aplicação de uma força externa sobre o material. O comportamento dinâmico é obtido com taxa de deformação elevada onde o carregamento se torna um fenômeno localizado se propagando através do material como uma onda de tensão. Enquanto para taxas de deformação lenta o comportamento estático se caracteriza como um fenômeno de carregamento recebido por

todo o material. (ZUKAS, 1980; MEYERS, 1994).

A compreensão de uma deformação dinâmica envolve a propagação de ondas variando de seção para a seção do corpo. Neste caso as tensões de deformação presentes internamente são transmitidas átomo a átomo a uma velocidade específica, não sendo transmitidas instantaneamente, e pode ser calculada com uma satisfatória aproximação. Por outro lado, a deformação quase estática se dá por uma sequência de estados de equilíbrio, devido ao tempo ser suficiente para a relaxação de toda a estrutura. (ZUKAS, 1980; MEYERS, 1994).

Quando um projétil impacta um material a interação resulta em altas taxas de deformação e essa resposta dinâmica pode ser entendida como um comportamento balístico do material. As ondas geradas devido a solitação externa em um material podem ser dadas na forma de ondas plásticas, elásticas e de choque. (MEYERS, 1994).

O pulso gerado é reconhecido como onda elástica, quando a solitação externa aplicada não supera a tensão de escoamento do material e sua velocidade ( $C_o$ ) pode ser adquirida utilizando a EQ 2.3 (MEYERS, 1994).

$$C_o = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.3)$$

$E$  = módulo de elasticidade;

$\rho$  = densidade do material.

A velocidade das ondas elásticas varia amplamente o seu valor de acordo com cada meio em que estão sendo transmitidas, como é possível observar na TAB. 2.7.

Tabela 2.6 – Velocidade de ondas elásticas.

Materiais	$V_E$ (m/s)	$V_{\text{cisalhamento}}$ (m/s)
Ar	340	-
Alumínio	6100	3100
Ferro	5800	3100
Chumbo	2200	700
Berílio	10000	-
Vidro	6800	3300
Poliestireno	2300	1200

Tabela 2.7 – Adaptado de MEYERS,1994.

Em relação a materiais dúcteis, quando a tensão externa aplicada ultrapassa a tensão de escoamento do material, surge a deformação plástica e o pulso de tensão formado que excede o regime elástico, se decompõe em uma onda elástica e uma onda plástica. A velocidade da onda plástica ( $V_p$ ) pode ser adquirida utilizando a EQ. 2.4.

$$V_p = \sqrt{\frac{d\sigma_f}{d\epsilon}} \frac{1}{\rho} \quad (2.4)$$

Onde:

$d\sigma/d\epsilon$  = inclinação da curva tensão ( $\sigma$ ) versus deformação ( $\epsilon$ ) na região plástica e elástica;

$\rho$  = densidade do material.

A curva tensão-deformação para um material dúctil presente na FIG. 2.14, onde é possível observar a inclinação da curva no regime elástico se mostra igual ao módulo de elasticidade do material (E). No regime elástico a inclinação da curva é constante enquanto no regime plástico a inclinação da curva é variável, além disso se nota que o  $d\sigma/d\epsilon$  é superior no regime elástico, dessa forma, a velocidade das ondas elásticas é superior às plásticas. (MEYERS, 1994).

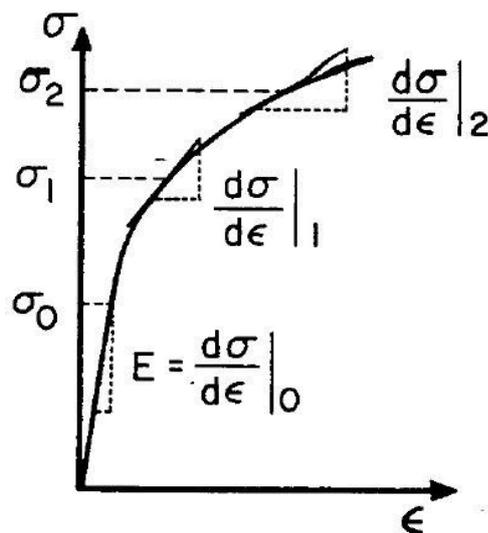


Figura 2.14 – Curva tensão deformação para um material dúctil.  
(MEYERS, 1994) (adaptado).

No caso de uma amplitude de uma onda de tensão exceder o limite de escoamento dinâmico do material, as tensões cisalhantes podem ser desprezadas e nesta condição, o tratamento de fluidos pode ser empregado. Neste caso, as ondas se propagam em uma frente de choque única com velocidade superior a onda elástica e são conhecidas como ondas de choque. Na FIG. 2.15 é demonstrado um modelo simples de um cilindro com um fluido compressível e um pistão utilizado para auxiliar o entendimento relacionado ao conceito de onda de choque e às equações de conservação envolvidas. (MEYERS, 1994).

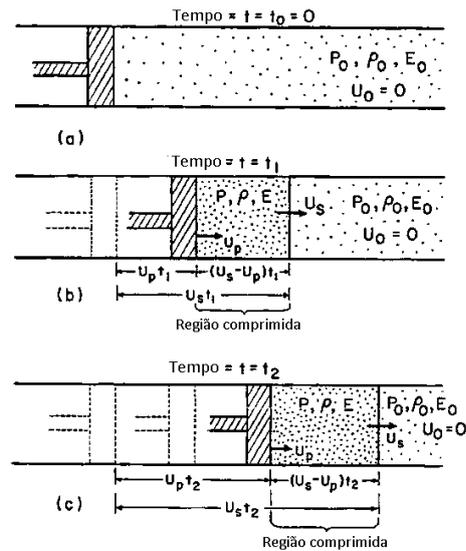


Figura 2.15 – Modelo físico da propagação de uma onda de choque: (a) antes do choque; (b) após um tempo  $t_1$ ; (c) após um tempo  $t_2 > t_1$ . (MEYERS, 1994) (adaptado).

A frente de choque pode ser considerada como um plano separando a região comprimida da região estacionária e possui velocidade  $U_s$ . É possível observar na FIG. 2.14 que a frente de onda de choque avança o material compressível, com velocidade maior que a velocidade do pistão ( $U_s > U_p$ ) e na região comprimida, a densidade e pressão são alteradas para valores superiores ( $P > P_o$  e  $\rho > \rho_o$ ). Região de amplitude superior de frente de onda se propaga com velocidade superior à de menor amplitude, ocasionando em uma perturbação provocando uma descontinuidade na pressão, densidade e temperatura. (MEYERS, 1994).

As relações de conservação Rankine-Hugoniot descrevem o movimento do pistão e da região comprimida do fluido, podem ser aplicadas para uma onda de choque se propagando em gás, sólido ou líquido. As equações são demonstradas pelas EQ 2.5 a EQ 2.7.

- Conservação de energia:

$$(E - E_o).2 = (P - P_o).(V - V_o) \quad (2.5)$$

Onde:

$E$  = energia interna do material durante a passagem da onda;

$E_o$  = energia interna do material antes da passagem da onda;

$P$  = pressão durante a passagem da onda;

$P_o$  = pressão antes da passagem da onda;

$V$  = volume durante a passagem da onda;

$V_o$  = volume específico do material antes da passagem da onda.

- Conservação de massa:

$$\rho_o \cdot U_s = \rho \cdot (U_s - U_p) \quad (2.6)$$

Onde:

$\rho$  = densidade do material durante a passagem da onda;

$\rho_o$  = densidade do material antes da passagem da onda;

$U_s$  = velocidade da propagação da onda de choque;

$U_p$  = velocidade da partícula.

- Conservação de momento:

$$P - P_o = \rho_o \cdot U_s \cdot U_p \quad (2.7)$$

Onde:

$P$  = pressão durante a passagem da onda;

$P_o$  = pressão antes da passagem da onda;

$\rho_o$  = densidade do material antes da passagem da onda;

$U_s$  = velocidade da propagação da onda de choque;

$U_p$  = velocidade da partícula.

Nas equações acima existem cinco variáveis:  $P$  (pressão), velocidade da partícula ( $U_p$ ), energia ( $E$ ), densidade ( $\rho$ ) e velocidade da propagação da onda de choque ( $U_s$ ). Dessa forma, é necessária uma quarta equação (EQ) para obter todos os parâmetros. Sendo conhecida como equação de estado do material (EOS). Esta equação demonstra uma relação obtida experimentalmente entre  $U_s$  e  $U_p$ , usando uma relação empírica e contendo parâmetros  $S_1$  e  $S_2$ . Obtendo a EQ. 2.8:

$$U_s = C_o + S_1 \cdot U_p + S_2 \cdot U_p^2 + \dots \quad (2.8)$$

Onde:

$S_1, S_2$  = parâmetros empíricos;

$C_o$  = velocidade do som no material a pressão ( $P$ ) relativa nula.

Para a grande parte dos materiais os parâmetros empíricos de ordem maior que são nulos. Dessa forma a EQ. 2.9 se reduz a:

$$U_s = C_o + S_1 U_p \quad (2.9)$$

A EQ. 2.9 representa uma relação linear entre a velocidade de partícula e a velocidade de propagação de choque, mostrando com precisão convincente a resposta ao choque dos materiais que não são porosos e que não sofreram transformação de fase. Os valores de  $S_1$  e  $C_o$  são usualmente tabelados e encontrados na literatura (MEYERS, 1994). As relações de conservação de Rankine-Hugoniot podem ser aplicadas somente sob as circunstâncias:

- a) O material não sofre transformação de fase;
- b) A frente de choque é uma superfície sem espessura aparente e descontínua;
- c) A condução de calor na frente de choque e forças externas ao sistema como forças gravitacionais são consideradas desprezíveis;
- d) Sem existência de comportamento elasto-plástico;
- e) Quando o material se comporta como fluido, o módulo de cisalhamento do material é nulo.

### 2.6.1 INTERAÇÃO E REFLEXÃO DE ONDAS DE CHOQUE

A partir do instante em que uma onda de choque passa por uma interface entre os materiais, uma pressão é formada de acordo com uma certa velocidade de partícula  $U_p$  e conseguirá ser medida por meio de um parâmetro denominado impedância de choque. (MEYERS, 1994).

Em caso de união de diferentes materiais utilizados para aplicações em blindagem são criados planos, interfaces entre os mesmos e a interação de uma onda de choque nessas interfaces é possível ser analisada por meio do método de casamento de impedâncias. (MEYERS, 1994).

A impedância de choque pode ser entendida como produto da velocidade da onda de choque ( $U_s$ ) e densidade ( $\rho_o$ ), caso o valor de  $U_s$  não seja conhecido, é possível utilizar uma aproximação da impedância de choque usando a velocidade sônica da onda ( $C_o$ ) ao invés da onda de choque. A FIG. 2.16 exhibe a sequência de eventos de impacto balístico entre o projétil e o alvo.

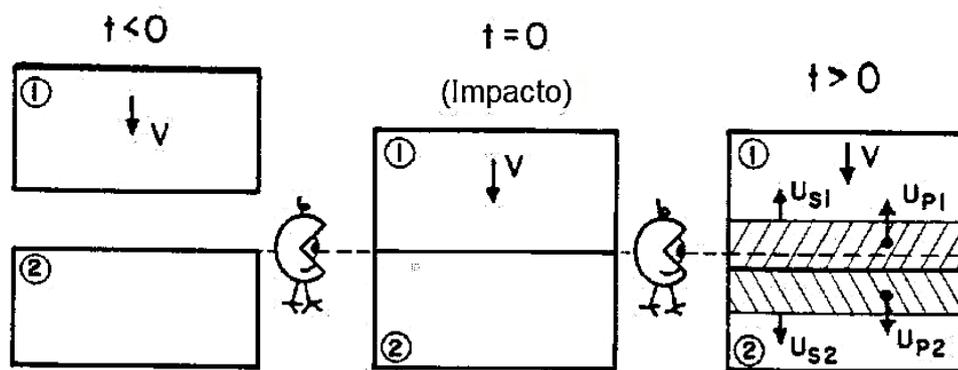


Figura 2.16 – Sequência de eventos durante impacto balístico: (a) antes do impacto; (b) no instante do impacto; (c) após impacto.  
(MEYERS, 1994) (adaptado).

Antes de ocorrer o impacto, o alvo (2) está em repouso e o projétil (1) está em movimento com uma velocidade  $V$ . Depois do impacto, se formam duas ondas compressivas, uma adquirindo velocidade  $U_{s1}$  que percorre por dentro do projétil (1) e outra que possui velocidade  $U_{s1}$  com um trajeto para dentro do alvo (2). A parte que não está comprimida permanece em repouso enquanto a porção não comprimida do projétil se encontra em movimento com velocidade  $V$ . O método de casamento de impedância é mais apropriado para explicar a transferência de uma onda no meio A para o meio B, entre materiais com elevada impedância. Para o método se tornar eficiente é preciso que o material seja contínuo na interface de impacto, em outras palavras, a velocidade de partícula na região comprimida seja equivalente ( $U_{p1} = U_{p2}$ ) e a pressão do mesmo modo ( $P_1 = P_2$ ). Caso as velocidades de partículas não fossem equivalentes aconteceria a formação de regiões muito densas ou de vazios e se as pressões não forem equivalentes ocorreria a formação de um outro pulso. (MEYERS, 1994).

a) Transferência de uma onda de choque de um material com alta impedância (A) para um material com baixa impedância (B): Essa situação representa um caso em que a camada externa (material A) é mais densa do que a camada intermediária (material B), conforme a FIG. 2.17. Sendo assim, a pressão  $P_1$  é superior a pressão  $P_2$  e no tempo  $t_4$  (FIG. b), um pulso trativo é criado, se propagando por ambas direções, isto é, tanto para dentro do material A como para o material B. Ocorre estilhaçamento do material no caso da onda trativa possuir uma amplitude suficientemente elevada. (MEYERS, 1994).

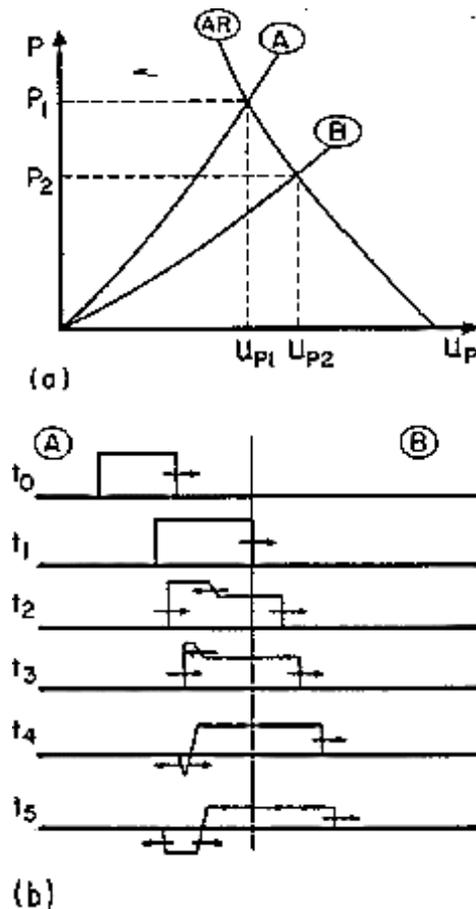


Figura 2.17 – Transferência da onda de choque de um meio com alta impedância para um meio com baixa impedância: (a) gráfico pressão versus velocidade de partícula; (b) perfis de pressão.

(MEYERS, 1994) (adaptado).

Transferência de uma onda de choque de um material com baixa impedância (A) para um material com alta impedância (B): A transferência ocorre quando um material de camada externa (A) possui densidade menor do que o material com camada intermediária (B). A FIG. 2.18 (a) exibe uma variação da pressão em função da velocidade de partícula para os materiais A e B. A impedância de choque é indicada pela inclinação da linha pontilhada na pressão  $P_1$  explicando a descontinuidade na pressão, ou densidade, durante o impacto a curva AR reproduz a inversão da curva A, sendo o ponto  $(U_{p1}, P_1)$  comum entre as curvas AR e A o ponto  $(U_{p1}, P_1)$  comum entre as curvas AR e B. A FIG. 2.18 (B) demonstram os perfis de pressão ao atingir a interface, sendo possível observar que em virtude de manter o equilíbrio entre as pressões, a pressão  $P_1$  da frente de choque se eleva descontinuamente para  $P_2$ . Dessa momento em diante, a onda de choque é decomposta em duas ondas: uma se propaga no material A, no sentido oposto, e outra se propaga no material B. Em  $t_3$  e  $t_4$  à frente da pressão  $P_1$  encontra a onda de choque remanescente e cai para  $P_2 - P_1$ . A velocidade da partícula  $U_{p2}$  mantendo a mesma na região de alta pressão, em A e B, garantindo a continuidade da velocidade da partícula e a continuidade

de pressão. (MEYERS, 1994).

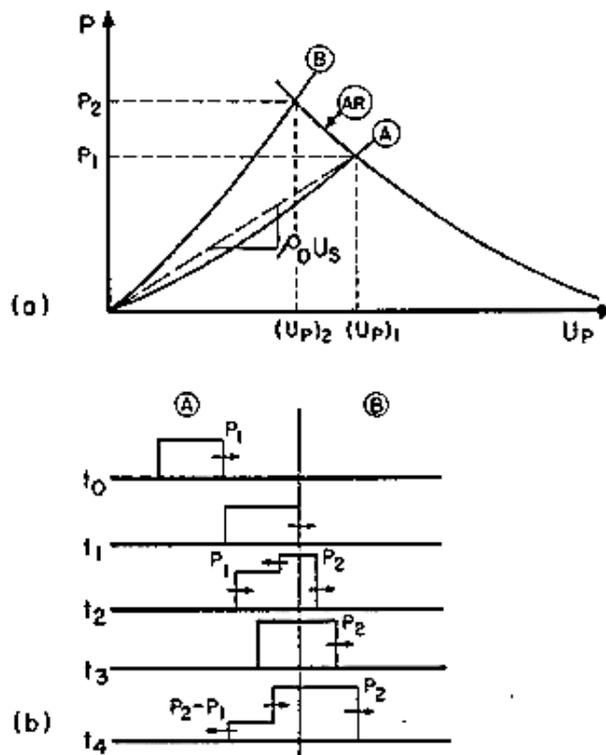


Figura 2.18 – Transferência da onda de choque de um meio com baixa impedância para um meio com alta impedância: (a) gráfico pressão versus velocidade de partícula; (b) perfis de pressão.

(MEYERS, 1994) (adaptado).

## 2.7 BLINDAGEM BALÍSTICA

A blindagem balística pode ser definida como um anteparo de proteção projetado para oferecer resistência à penetração de projéteis provenientes de armas de fogo. (STANDARD, ; ABNT, 2005).

Nos dias atuais, o Exército Brasileiro e Forças Auxiliares seguem as diretrizes oferecidas pelo Instituto Nacional de Justiça dos Estados Unidos (STANDARD, ; (OLES); AMERICA, 2008). e pela associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT, 2005), com o intuito de avaliar o desempenho de blindagens balísticas. Essas normas classificam as blindagens em diferentes níveis de proteção em função da velocidade mínima, massa do projétil e calibre. A TAB. 2.8 exhibe a classificação dos diferentes níveis de proteção baseados nos parâmetros previamente citados.

Tabela 2.8 – Classificação dos níveis de proteção em blindagens balísticas.

Nível	Calibre	Massa (g)	Velocidade mínima do projétil (m/s)	Energia (J)
I	.22 LR	2,6	310	125
	.38 SPL	10,2	239	291
II-A	9 mm	8	320	410
	357 Mag	10,2	369	694
II	9 mm	8	343	471
	357 mag	10,2	410	857
III-A	9 mm	8	411	676
	44 Mag	15,6	411	318
III	7,62 x 51	9,7	823	3285
IV	.30-06	10,8	853	3929

Fonte – Adaptado de NIJ 0101.04., 2000.

De acordo com a norma NIJ 0101.06 (2008), em relação a determinação da eficácia do sistema de blindagem multicamada, o método mais simples consiste em verificar uma indentação (trauma) diretamente na plastilina após a realização de um ensaio balístico com uma munição 7,62 mm. O nível máximo de indentação no material padrão é de 44 mm para validação do ensaio, caso ultrapasse esse valor limite o dano promovido pelo impacto é considerado fatal para o corpo humano. O uso da plastilina como material padrão se justifica por ser parecido com uma massa de modelar similar ao material que constitui o corpo humano (MONTEIRO et al., 2016; (OLES); AMERICA, 2008). A FIG. 2.19 representa o método de avaliação do material de referência (Plastilina) antes e posteriormente ao impacto do projétil.

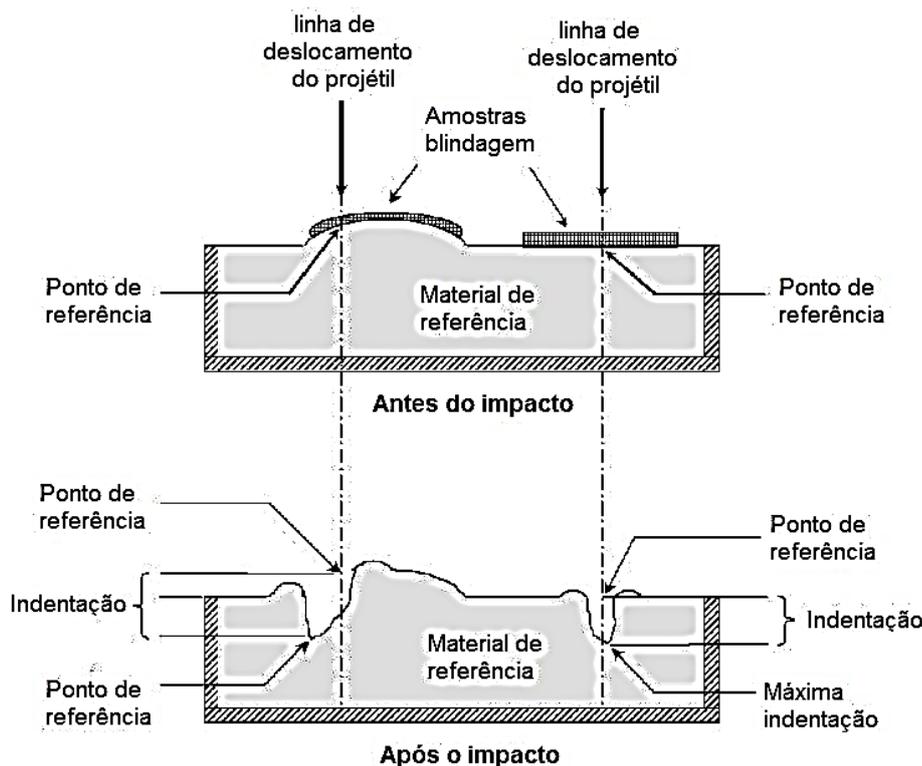


Figura 2.19 – Trauma do projétil avaliado por indentação no material de referência (plastilina).

(braga (2015), (OLES) e America (2008) (adaptado).

O cálculo da velocidade limite ( $V_L$ ), consiste em outro método de avaliação da eficiência de uma blindagem e consiste em medir a velocidade de um projétil ao atingir a blindagem. Essa velocidade é considerada a velocidade mínima para que a blindagem seja perfurada. O parâmetro principal de estimativa ( $V_{50}$ ), conhecido como limite balístico, define a velocidade na qual a probabilidade de haver perfuração seria de 50%. Entretanto o cálculo utilizando o parâmetro  $V_{50}$  em situações em que a velocidade é superior a 800 m/s, como é o caso de munição 7,62 mm, se torna inviável, seria necessário pelo menos 3 que não perfurassem o alvo. Sendo que o objetivo seria efetuar uma média dos impactos para calcular o limite balístico. (ZUKAS, 1980; SILVA et al., 2014; WANG et al., 2014).

Dessa forma, um modelo analítico é necessário para estimar a  $V_L$  sem ocorrência de perfuração da blindagem e se baseando na energia absorvida (MORYE et al., 2000). Observando a velocidade residual ( $V_R$ ) e a velocidade de impacto do projétil ( $V_i$ ), a energia absorvida ( $E_{abs}$ ) é obtida por meio da energia cinética, apresentada pela EQ. 2.10, onde  $m$  é a massa do projétil.

$$E_{abs} = \frac{m \cdot (V_i^2 - V_R^2)}{2} \quad (2.10)$$

Considerando a velocidade residual nula, em outras palavras, quando o sistema de

blindagem absorve totalmente a energia cinética proveniente do projétil, se torna possível estimar o valor da velocidade limite segundo a EQ. 2.11.

$$V_L = \sqrt{\frac{2E_{\text{abs}}}{M}} \quad (2.11)$$

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

O foco do trabalho consistiu em caracterizar um novo tipo de fibra a ser explorada visando a aplicação em um compósito com matriz de resina epóxi. Assim, foi necessário caracterizar a fibra de junco-sete-ilhas em diversas etapas, conforme é demonstrado na FIG. 3.1. A primeira etapa consistiu em preparar as fibras de junco-sete-ilhas e na segunda etapa descobrir o diâmetro característico gerando assim o histograma da distribuição desses diâmetros, obter a densidade linear geométrica e a densidade utilizando a análise de picnometria gasosa.

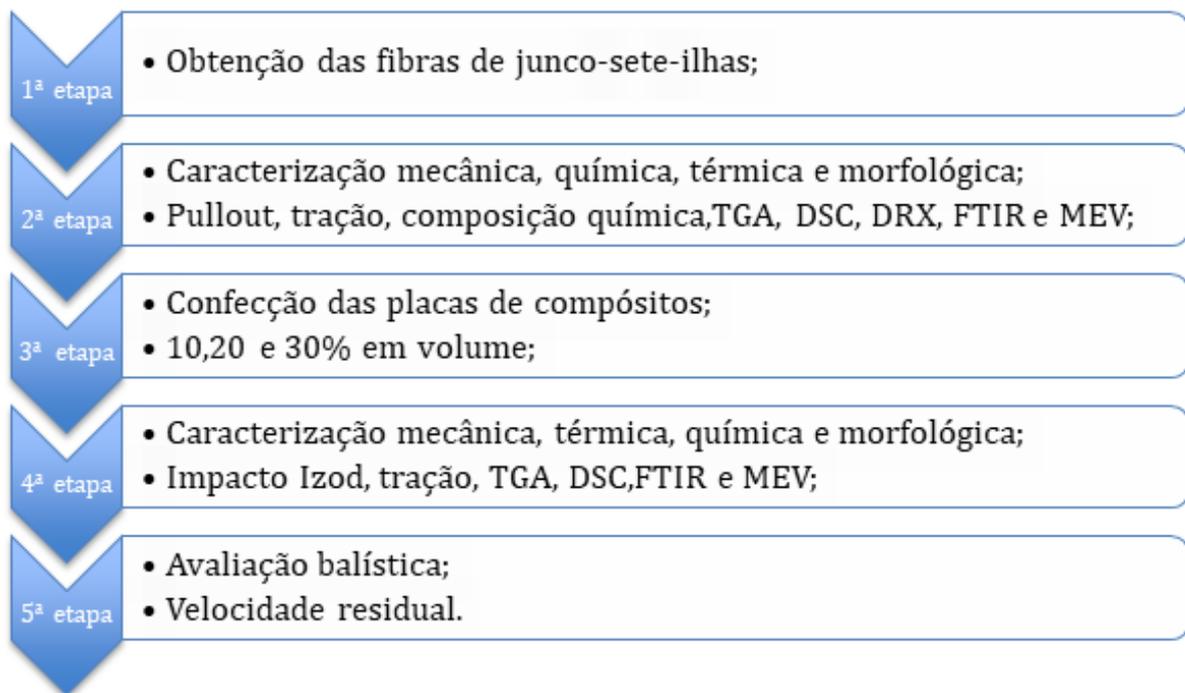


Figura 3.1 – Fluxograma das etapas relacionadas às caracterizações das fibras e compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas.

Além disso, na segunda etapa buscou caracterizar sua estrutura, composição química e caracterização térmica, dessa forma será possível compreender como essas características intrínsecas à fibra influenciam em suas propriedades físicas e mecânicas. Dessa forma, a terceira etapa consistiu em confeccionar as placas de compósitos reforçadas com 10, 20 e 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas.

A quarta etapa, consistiu em avaliar o comportamento de corpos de prova (CPs) dos compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas em relação ao seu comportamento submetido a ensaios de tração e impacto. Análises térmicas, morfológicas e estrutural foram realizadas com o objetivo de caracterizar e compreender como o material se comporta.

Assim como, na última etapa foram realizados ensaios balísticos de velocidade residual visando descobrir seu desempenho e comparar aos resultados observados na literatura para os diferentes compósitos reforçados com fibras naturais.

## 3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

### 3.1.1 FIBRA DE JUNCO-SETE-ILHAS

As fibras foram extraídas de uma esteira de junco-sete-ilhas adquiridas por meio da empresa Artevale, localizada na cidade de Registro no estado de São Paulo. Foram utilizadas “in natura” e estavam na forma de caule, ainda verdes, por isso foram limpas, imersas em água por 24 horas, desfiadas e cortadas em um comprimento equivalente a 150 mm e posteriormente secas em estufa a 70° C por 24h. Além disso, as fibras não sofreram nenhum tipo de tratamento químico. A FIG. 3.2 e 3.3 esquematiza o processo da obtenção das fibras.



Figura 3.2 – (a) junco-sete-ilhas após sua retirada da esteira fornecida pela empresa Artevale; (b) materiais que auxiliaram no processo de desfibramento das fibras de junco-sete-ilhas.



Figura 3.3 – (a) junco-sete-ilhas imerso em água durante um período de 24 horas; (b) fibras desfiadas; (c) corte das fibras de junco em 150 mm.

Antes de utilizar a técnica por imersão em água, foi realizado o desfibramento conforme o material foi recebido, entretanto ocorreu uma dificuldade para conseguir extrair as fibras devido a rupturas inesperadas em comprimentos curtos. Portanto foi adotado a técnica por imersão que proporcionou maior flexibilidade e facilitando dessa forma o processo de desfibragem. Ferramentas perfuro cortantes auxiliaram no processo, favorecendo a retirada das fibras de forma contínua e sem haver ruptura repentina viabilizando a obtenção de fibras com um maior comprimento e em maior quantidade.

### 3.1.2 RESINA EPÓXI

O polímero termorrígido empregado como material da matriz para confecção de uma placa de compósito se tratou da resina epóxi comercial (DGEBA) fornecida pela distribuidora EPOXY FIBER Ltda e fabricada pela empresa Dow Chemical do Brasil,

localizada no Rio de Janeiro. O catalisador utilizado na resina foi o Trietileno Tetramina (TETA), adotando a proporção estequiométrica de 13 partes de endurecedor para 100 partes da resina. A FIG. 3.4 exhibe a resina epóxi e o endurecedor utilizados.

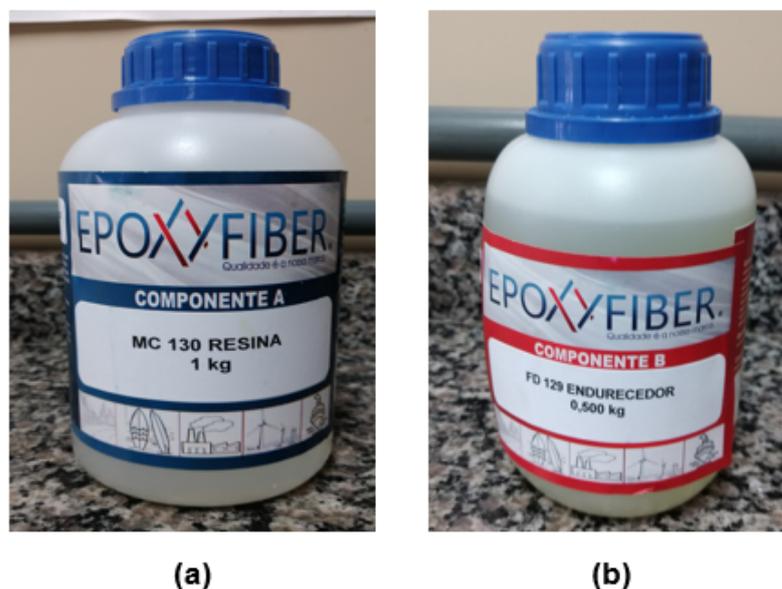


Figura 3.4 – (a) resina epóxi MC 130; (b) endurecedor FD 129.

## 3.2 DIÂMETRO DAS FIBRAS

O emprego do microscópio óptico, cujo modelo BX53M da marca OLYMPUS, com amplitude de 5x no modo de campo escuro serviu como auxílio para medir o diâmetro das fibras. Um total de 100 amostras foram selecionadas aleatoriamente, após a obtenção das fibras pelo processo de desfibramento. Sendo realizado, no laboratório de metalografia do Instituto Militar de Engenharia (IME), a medição de cada uma em 5 pontos específicos a ( $0^\circ$ ) e em 5 a ( $90^\circ$ ), distribuídos ao longo do comprimento das amostras. Em cada ponto foi realizado 3 medições e feita uma média entre essas medições. Após esse procedimento foi novamente realizado uma média dos valores obtidos, em micrometros ( $\mu\text{m}$ ), ao longo da fibra e dessa forma foi possível obter a média do diâmetro característico de cada fibra.

Devido à grande variação existente entre os diâmetros característicos das fibras de junco-sete-ilhas foi feito uma distribuição de frequência em dez intervalos de diâmetro característico. Dessa forma foi gerado um histograma da variação do diâmetro. Sendo assim, as propriedades físicas são diretamente relacionadas com o seu diâmetro. Além disso, foi determinado o comprimento das 100 fibras escolhidas com o uso de uma régua graduada.

### 3.3 DENSIDADE DAS FIBRAS

O método empregado para se encontrar a densidade das fibras foram os métodos de Arquimedes e por densidade geométrica linear. Contudo, a fibra mostrou uma densidade muito menor do que da água e gasolina, ambas utilizadas para se obter a densidade pelo método de Arquimedes. Como a fibra flutuava sobre os líquidos e não existe no laboratório nenhum material com densidade menor do que a gasolina, foi utilizado somente o segundo método citado. Dessa forma, para obter a densidade linear geométrica, considerou as fibras aproximadas a um formato cilíndrico levando em consideração a seção transversal e o comprimento previamente medidos. O volume foi calculado de acordo com a EQ. 3.1.

$$V = \pi.r_f^2.l \quad (3.1)$$

Onde:

$r_f^2$  - raio médio característico da fibra;

$l$  - comprimento da fibra.

Com o intuito de calcular a densidade, foi necessário ser feito a pesagem das 100 amostras, após a secagem em uma estufa a 70°C por 24 horas, foi utilizado balança analítica da marca Bioprecisa, cujo modelo é o FA2104N e possuindo uma precisão de 0,001 g. Tornando possível ser obtido a densidade das fibras conforme a EQ. 3.2.

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

Onde:

$\rho$  - densidade;

$m$  - massa;

$v$  - volume;

O cálculo empregado para descobrir a densidade da fibra utilizando a regra das misturas foi realizado segundo a EQ. 3.3.

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

Onde:

$\rho_f$  - densidade da fibra;

$\rho_m$  - densidade da matriz;

$\rho_c$  - densidade do compósito;

$V_f$  - volume da fibra;

$V_m$  - volume da matriz;

$V_c$  - volume do compósito.

### 3.4 TEOR DE UMIDADE

A determinação para o teor de umidade seguiu conforme a norma internacional ASTM-D1348. O método toma como base pesar as amostras e logo em seguida inserir em uma estufa na temperatura de 105°C, durante um período de 2 horas, para retirar a umidade. Após esse período de tempo as amostras foram pesadas diversas vezes e levadas ao forno por 30 minutos, sendo repetidos os mesmos passos até que a perda de massa em ponderações sucessivas fossem menor do que 0,005g. Um total de cinco amostras foram preparadas e a balança analítica da marca Bioprecisa e modelo FA2104N foi utilizada para esse experimento. O cálculo do teor de umidade foi realizado conforme a EQ. 3.11.

$$M_{cbd} = \frac{O_s - (O_{bd})}{O_{bd}} \times 100 \quad (3.4)$$

Onde:

$O_s$  - amostra úmida;

$O_{bd}$  - amostra seca.

### 3.5 Composição química

Foi realizada uma caracterização química para verificar o teor de celulose, hemicelulose, lignina, extrativos e cinzas das fibras. Dessa forma, primeiramente as amostras foram moídas em duplicata com o auxílio de um moinho de facas. Além disso, luvas foram utilizadas para evitar a contaminação de impurezas em contato com a amostra. As etapas posteriores que destacam o procedimento necessário para a obtenção do teor percentual de cada composição, estão descritas a seguir:

- Determinação do teor de cinzas

2 gramas do material vegetal seco foi pesado e adicionado em um cadinho previamente calcinado em uma temperatura de 600°C por 30 min sendo posteriormente resfriados em um dessecador. O conjunto foi inserido em um forno mufla à temperatura ambiente, utilizando uma rampa de aquecimento de aproximadamente 9,6°C/min. Dessa forma a temperatura de trabalho de 600°C foi atingida após 60 minutos de aquecimento.

Essa temperatura foi mantida por 3 horas e no fim desse tempo, reduzida para 200°C em no mínimo 1 hora. Depois desse processo o conjunto cadinho/amostra calcinados

foi removido e inserido em um dessecador. O cálculo da determinação do teor de cinzas totais (TC%) em porcentagem, de acordo com a EQ. 3.5, é realizado tendo em vista os valores da massa do recipiente (MR), da massa da amostra (MA) e da massa do conjunto recipiente/amostra calcinada (MRAC).

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

- Determinação do teor de extrativos

4 g do material vegetal seco é inserido em um cartucho e colocado em uma aparelhagem por extração por Soxhlet. Além disso, em um Erlemmeyer de 500 mL é adicionado 100 mL da mistura de tolueno:etanol 1:1 (v/v), refluxou-se por 5 horas.

Após esse tempo, o solvente foi recuperado em rota-evaporador. O extrato foi transferido para uma placa de Petri previamente limpa e seca. A placa foi inserida em uma estufa a  $105 \pm 2$  °C por 1 hora, colocado em um dessecador e posteriormente pesado. O processo foi repetido até obter uma massa constante. Essas fibras foram utilizadas para a etapa de teor de lignina. O cálculo da determinação do teor de extrativos (TE%) em porcentagem, de acordo com a EQ. 3.6, foi efetuado com o conhecimento dos valores da massa da placa (MR), da massa da amostra (MA), da massa do conjunto placa/extrativos (MRE) e da massa do conjunto placa/resíduo do solvente (MRRS).

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

- Determinação do teor de lignina insolúvel

Foi utilizado 1 g de amostra moída sem umidade nem extrativos, seguindo a norma ASTM 1106. Esse material foi colocado em um gral de pelo menos 300 mL e adicionado 17 mL de ácido sulfúrico 72% (m/m). Após 15 minutos de agitação cuidadosa com o pistilo, até não existir mais partículas visíveis não solubilizadas e transferido para um béquer.

Depois da digestão por um período de 24 horas, foi adicionado 306 mL de água destilada ao béquer para diluir o ácido sulfúrico a 4%, o conteúdo foi transferido quantitativamente para um Erlenmeyer de 500 mL e mantido sob refluxo por 4 horas.

Com o auxílio de um funil e uma bomba à vácuo foi realizado uma filtração. Onde o conteúdo do balão foi transferido para o funil e filtrado. Em seguida, O funil foi levado para uma estufa a a  $105 \pm 2$  °C por 3 horas e seco até se obter um peso constante. E o teor de lignina insolúvel (TLI%), de acordo com a EQ. 3.7, foi obtido com base na massa do funil limpo e seco (MF), massa da amostra (MA), massa do funil somada à massa de lignina após a secagem em estufa (MFL), massa do funil com cinzas após a calcinação em mufla (MFC).

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

- Determinação do teor de lignina solúvel

De acordo com a norma ASTM-1106, foi utilizado um espectrômetro de UV-Vis com uma amostra diluída com ácido sulfúrico em 4% de concentração. O cálculo de determinação do teor de lignina solúvel (TLS%) é realizado, de acordo com a EQ. 3.8, em que CLS é a concentração de lignina solúvel gL-1,  $A_{215}$  se refere a absorbância A215 nm e  $A_{280}$  a absorbância A280 nm.

$$CLS = \frac{4,53.A_{215} - A_{280}}{300} \quad (3.8)$$

Posteriormente é definido o TLS, por meio da massa de lignina solúvel (MLS), através da EQ. 3.9.

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

- Determinação do teor de hemicelulose

Foi adicionado 3 g da fibra em um Erlenmeyer de 500 mL, logo em seguida foi adicionado 120 mL de água destilada. Durante o banho maria foram acrescentados 2,5g de  $\text{NaClO}_2$  (Clorito de sódio) e 1 mL de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (Ácido acético). Esse procedimento de adição de  $\text{NaClO}_2$  e  $\text{CH}_3\text{COOH}$  foi repetido a cada 1 hora até ser replicado um total de 4 horas. Com o auxílio de um funil e uma bomba a vácuo foi realizado a filtração. O cálculo para determinar o teor de hemicelulose (TH%), de acordo com a EQ. 3.10, se baseou na massa do funil limpo e seco (MF), massa da amostra (MA), massa do funil somada à massa de hemicelulose (MFH).

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

- Determinação do teor de alfacelulose

1 g de hemicelulose foi pesado e inserido em um almofariz de 100 mL, em seguida uma solução de NaOH (Hidróxido de sódio) de 15 mL foi adicionado. Depois de 2 min de contato entre a solução e a hemicelulose o material foi triturado por 8 min, 40 mL de água destilada foi adicionada ao almofariz e o conteúdo foi transferido quantitativamente para um funil.

Por meio de bomba a vácuo foi realizado uma filtração. O cálculo de determinação do teor de alfacelulose (TA%), de acordo com a EQ. 3.11, foi obtido por meio dos valores da massa do funil limpo e seco (MF), massa da amostra de hemicelulose (MAH), massa do funil somada à massa de alfacelulose (MFA).

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

## 3.6 ENSAIOS MECÂNICOS DAS FIBRAS

O conhecimento de propriedades mecânicas de um material é essencial para determinar o uso, aplicação e escolha do material em quaisquer projetos de engenharia. Sendo assim, ensaios de tração e *pullout* (escorregamento) das fibras foram realizados com o objetivo de obter determinadas propriedades mecânicas.

### 3.6.1 ENSAIO DE TRAÇÃO

Uma propriedade relevante que influencia diretamente no reforço efetivo das fibras em relação à matriz é a tensão máxima em tração. O ensaio buscou analisar a variação da tensão máxima no limite de ruptura em 6 intervalos de diâmetro, dessa forma é possível obter uma relação de tração média máxima relacionados diretamente com o diâmetro da seção transversal de cada intervalo. Posteriormente foi realizado uma análise estatística de Weibull.

Os procedimentos para a preparação das amostras e os procedimentos recomendados durante a realização dos ensaios estão em conformidade com a norma ASTM-D2101. Os ensaios foram realizados em uma máquina universal EMIC, no Laboratório de mecânica aplicada na Universidade Federal Fluminense (UFF) em Volta Redonda, o parâmetro relacionado a taxa de deformação foi de 0,9 mm/min. A máquina onde os corpos foram ensaiados está representada na FIG.3.5. Para se obter os valores da tensão máxima à tração foi utilizado a EQ. 3.12.

$$\sigma_{\text{máx}} = \frac{F_{\text{máx}}}{A_o} \quad (3.12)$$

Onde:

$\sigma_{\text{máx}}$  - tensão máxima de engenharia;

$F_{\text{máx}}$  - força máxima;

$A_o$  - área inicial da seção do corpo de prova.

Além disso, com o intuito de apurar os valores do módulo de elasticidade foi utilizado a EQ. 3.13.

$$E = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{\epsilon_1 - \epsilon_2} \quad (3.13)$$

Onde:

- $E$  - módulo de elasticidade (GPa);  
 $\sigma_1$  e  $\sigma_2$  - resistência a tração (MPa);  
 $\epsilon_1$  e  $\epsilon_2$  - deformação de engenharia (mm/mm).



Figura 3.5 – Máquina de ensaio de tração modelo EMIC.

A confecção das amostras foi feita de modo em que as extremidades das fibras fossem presas por uma fita adesiva visando evitar o escorregamento das fibras entre as garras da máquina de tração e o seu esmagamento. Conforme a FIG. 3.6.

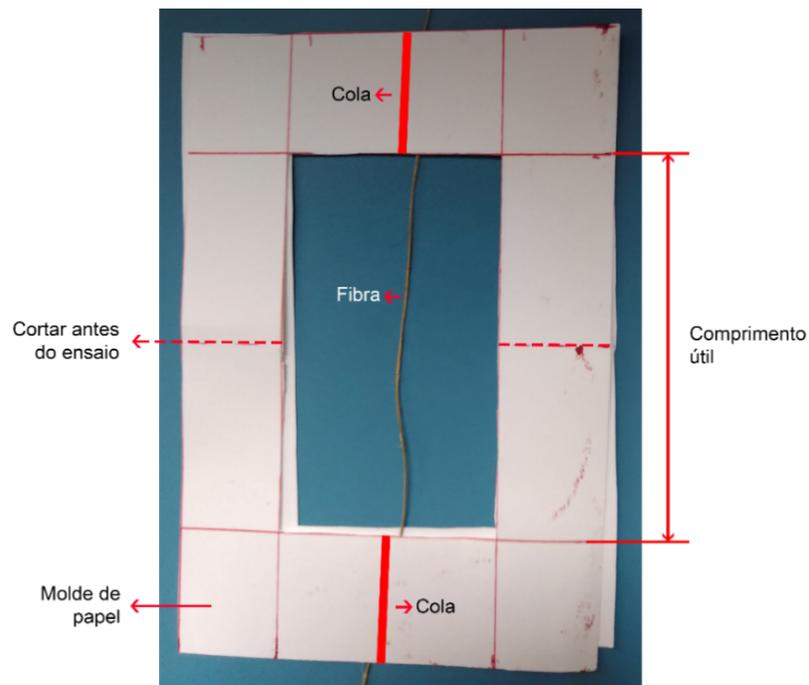


Figura 3.6 – Amostra submetida ao ensaio de tração.

As molduras de papel confeccionadas, conforme é apresentado pela FIG. 3.6, auxiliaram na proteção e na aderência das fibras antes do ensaio. Além de evitar o escorregamento das amostras, evitando com isso uma ruptura prematura. Esses fatores poderiam comprometer os dados que foram obtidos caso ocorresse um imprevisto como os já mencionados.

### 3.6.2 ENSAIO DE ESCORREGAMENTO DAS FIBRAS (*PULLOUT*)

As propriedades mecânicas de um compósito são influenciadas diretamente pela ligação interfacial entre a fase reforço e a fase matriz, quanto melhor essa ligação maior serão as propriedades inerentes ao material compósito. Pelo fato das fibras naturais possuírem natureza hidrofílica e a matriz polimérica ter um caráter hidrofóbico, surge uma baixa adesão entre esses materiais. Buscando avaliar a relação de aderência da fibra e a matriz, foi realizado um ensaio de escorregamento das fibras.

Um total de 80 amostras contendo uma única fibra inserida na matriz de resina epóxi foram divididas em grupos contendo diferentes comprimentos de embutimento, para cada grupo foram separadas dez amostras, considerando  $L$  como o comprimento,  $L = 2, 4, 6, 8, 10, 15, 20$  e  $25$  mm. O comprimento adotado para a matriz, em formato cilíndrico, foi de  $50$  mm e  $8$  mm de diâmetro. A FIG. 3.7 exibe alguns corpos de provas possuindo diferentes comprimentos de embutimento.



Figura 3.7 – Algumas corpos de prova de fibras de junco-sete-ilhas embutidas em uma matriz epóxi.

O ensaio de tração foi realizado no laboratório de Ensaio Não Destrutivos, Corrosão

e Soldagem (LNDC) da COPPE/UFRJ e com uma taxa de deformação de 0,75 mm/min, célula de carga de 25 kN e um equipamento Instron de modelo 3365. Seguindo o modelo proposto por Kelly e Tyson (1965), foi possível obter o comprimento crítico e gerar um gráfico relacionando o valor de tensão máxima com cada um dos comprimentos de embutimento.

### 3.7 CONFECÇÃO DOS COMPÓSITOS

Os compósitos reforçados por fibras de junco-sete-ilhas foram submetidos a ensaios de tração, Impacto Izod, ensaios balísticos, análises de FTIR e análises térmicas para os grupos de 10, 20 e 30% em volume de fibras, a densidade adotada foi referente a densidade geométrica linear média. Para a fabricação dos compósitos foi utilizada um molde metálico possuindo dimensão de 15 x 12 x 1,19 cm, com um volume interno correspondente a 214, 2 cm<sup>3</sup>, sendo produzidas placas em uma prensa SKAY de 15 toneladas. Dados referentes aos percentuais de fibras, número de placas confeccionadas, objetivos e massas da fibra se encontram presentes na TAB 3.1.

Tabela 3.1 – Características dos compósitos epoxídicos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas.

$V_f$ (%)	$m_f$ (g)	Dimensões (mm)	Placas	Amostras	Ensaio
0%	-	150 × 120 × 11,9	1	10	Impacto Izod
10%	14,12		1	10	
20%	19,69		1	10	
30%	29,53		2	20	
10%	1,66	150 × 120 × 2	2	16	Tração
20%	3,31		2	16	
30%	4,97		2	16	
10%	14,12	150 × 120 × 11,9	1	1	Velocidade residual
20%	19,69		1	1	
30%	29,53		1	1	

Os passos adotados para a confecção das placas foram:

1) Limpar as superfícies internas e externas das peças que compõe a matriz (punção superior, punção inferior e camisa fixa);

2) Recobrimento das superfícies da matriz com graxa de silicone da marca Epoxyfiber-EX300; pesagem das matérias primas de acordo com suas frações mássicas necessárias (resina, catalisador e fibras);

- 3) Inserção da matriz na prensa com a punção inferior, camisa fixa, calços alocados sobre a camisa fixa, sendo fundamentais para se obter placas com a espessura necessária;
- 4) Acomodação das fibras molhadas orientadas preferencialmente na direção de carregamento com a mistura da resina epóxi e endurecedor;
- 5) Um punção superior é utilizado para fechar a matriz, sendo aplicado logo em seguida, a prensagem por 24 horas;
- 6) Desmoldagem da placa após o período exigido.

Na FIG. 3.8 é possível observar os equipamentos necessários para a confecção das placas de compósitos. O valor da densidade da resina epóxi foi baseado em dados disponíveis na literatura, considerando um valor de  $1,1 \text{ g/cm}^3$  (JR; RETHWISCH, 2016). As fibras orientadas preferencialmente na direção de carregamento foram inseridas manualmente na matriz e distribuídas uniformemente pelo molde após serem molhadas com a resina, sendo essas divididas em três grupos diferentes baseadas no seu percentual de 10, 20 e 30% em volume. Além disso, na FIG. 3.9 é mostrado as placas de compósitos reforçadas com fibras de junco-sete-ilhas nas condições de 10 a 30% em volume.

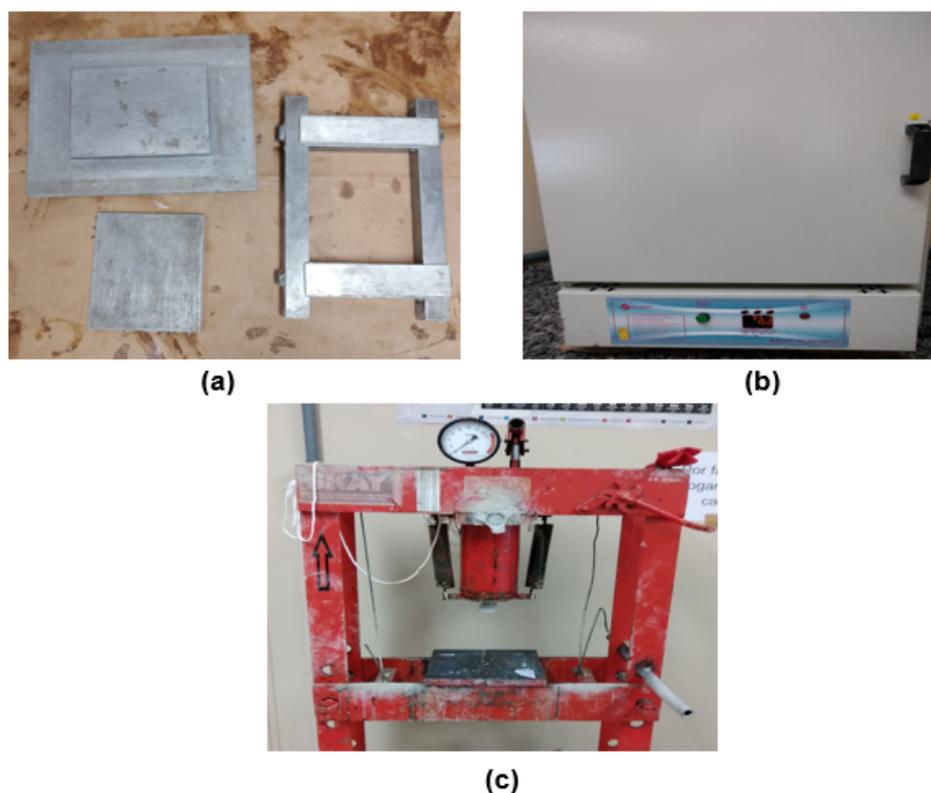


Figura 3.8 – Equipamentos que auxiliaram na confecção das placas de compósitos, como: (a) peças que compõe a matriz de aço; (b) estufa; (c) prensa SKAY de 15 toneladas.



Figura 3.9 – Placas de compósitos com percentuais de fibras correspondentes a 10, 20 e 30% em volume.

### 3.8 ENSAIO DE IMPACTO

A preparação para a confecção dos corpos de prova (CPs) consistiu em utilizar fibras cortadas com 120 mm de comprimento de modo que fosse possível acomodá-las dentro do molde metálico retangular de aço. Além disso, as fibras foram inseridas em uma estufa a 70°C durante 24 horas previamente à realização de confecção das placas. O total de placas confeccionadas se basearam nos percentuais de 0, 10, 20 e 30% em fração volumétrica de fibra de junco-sete-ilhas com diâmetro aleatório e alinhadas uniformemente.

Após esse processo, as placas foram cortadas com o auxílio de uma serra até se obter um total de 10 amostras com dimensões de 60,25 x 12,7 x 10 mm para cada grupo, de acordo com a norma ASTM-D256. Foi necessário desbastar as amostras com lixas de diversas numerações, buscando eliminar possíveis defeitos superficiais e atingir as dimensões necessárias para estar em conformidade com a norma, pelos corpos de prova que excediam os valores requeridos. Foi necessário ser feito um entalhe com auxílio de um entalhador manual de dente único da marca Pantec Iz/Ch-50, sendo realizado individualmente para cada corpo de prova seguindo a norma, no qual o raio de curvatura é de 0,25 mm 0,05 mm, ângulo de  $45^\circ \pm 1^\circ$  e profundidade de 2,54 mm. Com a finalidade de calcular a energia absorvida por comprimento, foi necessário medir as dimensões de todos os corpos de prova. A FIG. 3.10 mostra o entalhador manual e os corpos de prova antes de serem submetidos ao processo de entalhe.

Os ensaios foram realizados no laboratório de Fibras Naturais da Universidade Estadual do norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), na cidade de Campos dos Goytacazes. O equipamento utilizado da marca Pantec de modelo XC-50, empregando um martelo de 22J. Os resultados da energia absorvida foram analisados estatisticamente.

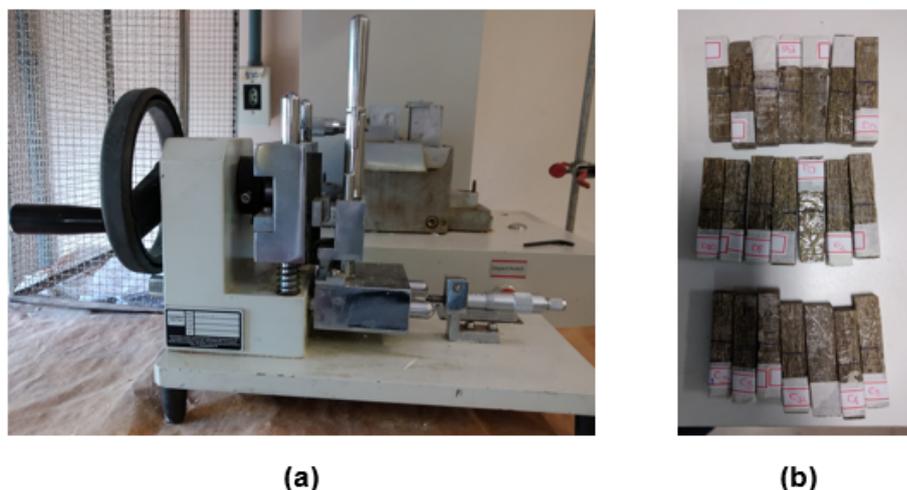


Figura 3.10 – (a) entalhador manual de dente único da marca Pantec Iz/Ch 50; (b) corpos de prova de compósitos epoxídicos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas nas frações volumétricas de 10, 20 e 30%.

### 3.9 ENSAIO DE TRAÇÃO

Para a realização da confecção dos corpos de prova as fibras utilizadas foram cortadas com 150 mm de comprimento e inseridas em um forno durante 24 horas previamente à confecção das placas, produzido um total de 6 placas, sendo duas placas para cada grupo de 10, 20 e 30% de fração volumétrica. Foi necessário inserir dois calços extras no interior do molde, pois a espessura necessária para a placa foi de 2 mm conforme a norma ASTM-D3039. As placas foram posteriormente lixadas visando a retirada de rebarbas e um melhor acabamento superficial, posteriormente foram cortadas com auxílio de uma serra nas dimensões de 150 x 15 x 2 mm.

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de mecânica aplicada da Universidade Federal Fluminense (UFF), em Volta Redonda. O equipamento da marca EMIC série 23 com capacidade de carga de 20 kN foi utilizado para a realização dos ensaios com uma taxa de deformação de 2 mm/min e um comprimento útil das amostras de 90 mm. Com as medidas da área da seção útil dos corpos de prova foi possível calcular os valores de tensão máxima, possibilitando uma análise estatística dos resultados.

### 3.10 ANÁLISES TÉRMICAS

As análises térmicas foram um recurso utilizado a fim de averiguar como as fibras e os compósitos epoxídicos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas em que temperatura ocorre em um limite máximo de perda de umidade. Além de verificar as temperaturas específicas em que ocorre a degradação da microestrutura das fibras e dos compósitos.

### 3.10.1 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

Para a análise termogravimétrica (TGA) as amostras de fibra de junco-sete-ilhas foram cominuídas e inseridas em um cadinho de platina, o mesmo procedimento foi feito para as amostras de epóxi puro e compósitos epoxídicos com diferentes percentuais de fibra de 10, 20 e 30% v/v, em um total de 5 amostras. As condições de operação envolveram uma atmosfera de nitrogênio com taxas de aquecimento de 10°C/min com um intervalo de 30 a 600°C e vazão do gás de 50 ml/min. As amostras foram ensaiadas no Instituto de Pesquisas da Marinha (IPQM) em um equipamento da marca Shimadzu, modelo DTG-60H. Temperaturas associadas com diversas etapas de degradação dos materiais, como a degradação dos componentes estruturais das fibras e perda de umidade foram identificados durante a análise. Após a obtenção dos dados os mesmos foram tratados com o auxílio do *Software Origin Pro*. A FIG. 3.11 mostra o equipamento utilizado nessa caracterização.



Figura 3.11 – Equipamento shimadzu modelo DTG 60H, pertencente ao IPQM.

### 3.10.2 ANÁLISE DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

A preparação dos corpos de prova para análise DSC foi realizada seguindo os mesmos padrões para a análise de TGA, as 5 amostras foram inseridas em um cadinho de alumínio. Os ensaios foram realizados no Instituto de Pesquisas da Marinha (IPQM) utilizando o equipamento DSC-60 da Shimadzu. Os parâmetros estabelecidos para o ensaio foram as temperaturas entre 25°C e 250°C, com uma vazão de gás de 50 ml/min, taxa de aquecimento de 10°C/min em atmosfera de Nitrogênio. A partir dos dados foi possível gerar os gráficos por meio do programa *Origin Pro*. A FIG. 3.12 mostra o equipamento utilizado nessa caracterização.



Figura 3.12 – Equipamento shimadzu modelo DSC-60, pertencente ao IPQM.

### 3.11 ESPECTROMETRIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Com o intuito de realizar a análise, as amostras da fibra de junco-sete-ilhas e dos compósitos reforçados com diferentes frações volumétricas foram moídas e convertidas em pó homogêneo. A confecção dos corpos de prova é feita a partir da prensagem do pó misturado previamente com KBr para a produção de uma pastilha. As análises foram

realizadas no laboratório do Instituto de pesquisas da marinha (IPQM) utilizando o espectrofotômetro de modelo IRPrestige-21 da marca Shimadzu, utilizando comprimentos de onda de 400 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  com 32 scans. A FIG. 3.13 mostra o equipamento utilizado nessa caracterização.



Figura 3.13 – Equipamento shimadzu modelo IRPrestige-21, pertencente ao IPQM.

O motivo da escolha da análise química dos compósitos com 10, 20 e 30% v/v foi avaliar a interação química entre a fase de reforço e a matriz, enquanto as análises na fibra de junco-sete-ilhas verificaram as vibrações e alongamentos das ligações efetivas das fibras. Os dados gerados serão tratados através do *Software Origin Pro*, gerando os respectivos espectros da porcentagem de transmitância (%) pelo número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ ).

## 3.12 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Com a finalidade de se calcular o índice de cristalinidade e o ângulo microfibrilar (AMF) das fibras de junco-sete-ilhas foi utilizada a técnica de difração de raios X. O método comumente utilizado para o cálculo do índice de cristalinidade ( $I_c$ ) consiste em adotar a EQ. 3.14 abaixo (SEGAL et al., 1959).

$$I_c = 1 - \frac{I_1}{I_2} \quad (3.14)$$

Onde:

$I_1$  – intensidade do mínimo de difração (região amorfa);

$I_2$  – intensidade do máximo de difração (região cristalina).

O difratômetro PANalytical de modelo X'pert Pro MRD System, juntamente com um detetor da marca Pixcel e anodo de cobalto foram utilizados com os seguintes

parâmetros: velocidade de varredura de 0,05 ( $2\theta/s$ ), varredura de  $5^\circ$  a  $75^\circ$ , potência de 40 mA x 40 kV e com radiação  $K\alpha$  (1,789 Å). Através desse ensaio foi possível adquirir um difratograma das fibras de junco-sete-ilhas. As amostras foram preparadas com fibras secas após 24 horas a  $70^\circ\text{C}$ , cortadas em comprimento equivalente a 30 mm de comprimento e montadas em paralelo sobre uma pastilha de silício monocristalino até se atingir 30 mm de largura. Os dados obtidos foram tratados por meio do *Software Origin Pro*, possibilitando a obtenção do perfil de difração. A FIG. 3.14 mostra o equipamento utilizado nessa caracterização.

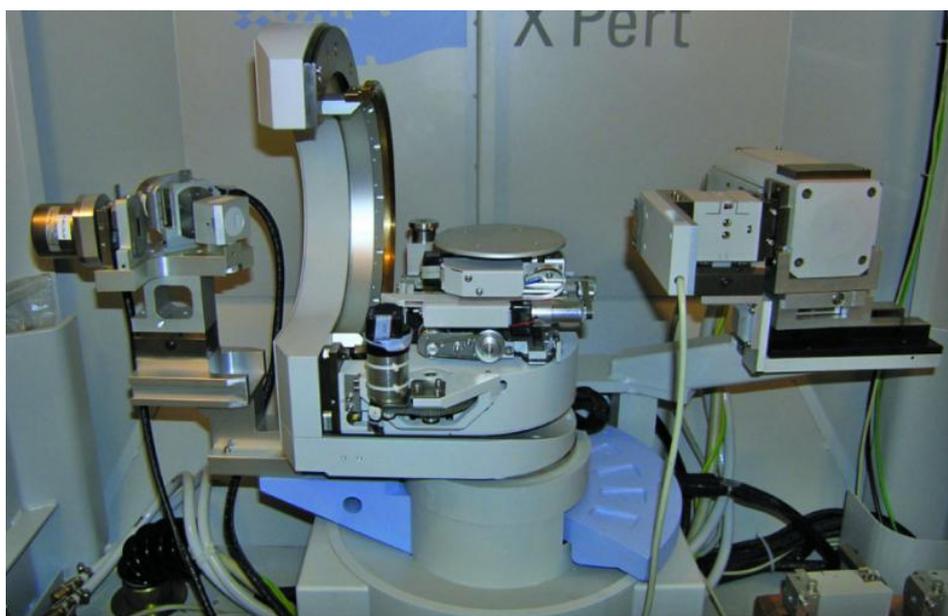


Figura 3.14 – Equipamento PANalytical de modelo X'pert Pro MRD System, pertencente ao IME.

Entre os métodos presentes na literatura para o cálculo do AMF destaca-se a difração de raios-x, espectroscopia no infravermelho e tecnologia de microscopia (DONALDSON, 2008). O método mais utilizado pelos pesquisadores é de difração de raios-x, assim como será utilizado no presente trabalho, tomando como referência a metodologia usada por Cave (1966) e em outros estudos (WANG et al., 2018; REIS et al., 2020; DEMOSTHENES et al., 2020). O valor do AMF é determinado a partir da curva de Gauss do segundo pico (0 0 2) juntamente com a derivada de primeira e segunda ordem da curva gaussiana. Sendo realizado com o auxílio do *Software Origin Pro*, adotando os passos a seguir: obtenção do difratograma; retirada da linha de base do difratograma; determinação da gaussiana associada o segundo pico; plotagem da primeira e segunda derivada da gaussiana; junção das três curvas em um único gráfico. A representação gráfica da junção das três curvas pode ser visualizada pela FIG. 3.15 o valor de T é utilizado no cálculo responsável por determinar o ângulo microfibrilar. (KRETSCHMANN et al., 1998; REIS et al., 2020; ÖZPARPUCU et al., 2019).

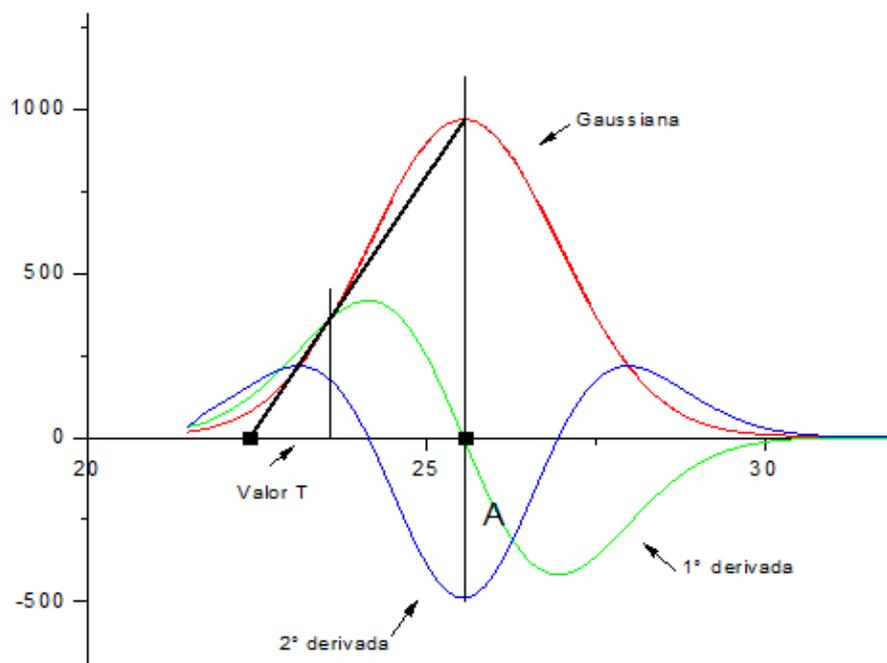


Figura 3.15 – Curvas obtidas por meio do difratograma e o valor T observado no eixo das abscissas.

O cálculo do ângulo microfibrilar é feito a partir da EQ. 3.8

$$AMF = -12,198T^3 + 113,67T^2 - 348,4T + 358,09 \quad (3.15)$$

### 3.13 PICNOMETRIA GASOSA

O picnômetro a gás é responsável por determinar o volume verdadeiro de um sólido, mesmo que poroso, por variação da pressão de gás conhecido (WEBB; ORR, 1997). O gás hélio é comumente utilizado, pois além de inerte é capaz de penetrar facilmente nos poros acessíveis da amostra, pelo fato do tamanho pequeno de seus átomos, permitindo assim, determinar o volume do sólido com mais rigor.

Além de fornecer uma possibilidade de medir apenas o volume da substância lenhosa, desconsiderando o volume total dos poros abertos de toda a amostra. O picnômetro de hélio é formado por duas câmaras de volumes conhecidos por uma calibração prévia realizada: a câmara onde é inserida a amostra e a câmara de expansão, conectadas a válvula de expansão. A FIG. 3.16 demonstra o picnômetro utilizado cujo modelo é Accupyc 1330 da marca Micromeritics.

Antes do início da análise a amostra é inserida na câmara e imposta a um processo de degaseificação em repetidas purgas com hélio, com a finalidade de remover as impurezas

e umidade presentes. Depois todo o sistema é levado à pressão atmosférica, isolando a câmara de expansão, fechando a válvula de expansão e pressurizando a câmara contendo a amostra em seu interior até uma pressão  $P_1$  (cerca de 17 psi ou 1,16 atm).



Figura 3.16 – Picnômetro de Hélio da marca Micromeritics pertencente ao IPQM.

Assim, a válvula de expansão é aberta ocasionando um abaixamento de pressão para  $P_2$ . Dessa forma de acordo com a EQ.3.9 é possível determinar o volume do sólido (SMITH, 1996).

$$P_1(V_a - V_s) = P_2(V_a - V_s + V_e) \quad (3.16)$$

Onde:  $V_a$  – volume da câmara da amostra;

$V_s$  – volume da câmara de expansão;

$V_e$  – volume do sólido;

$P_1$  – pressão inicial de pressurização;

$P_2$  – pressão final após abertura da válvula de expansão.

Rearranjando a EQ. 3.8 o volume do sólido obtido é expresso conforme a EQ. 3.17. A densidade será calculada automaticamente, pelo fato da massa do sólido ser introduzida como dado de entrada.

O ensaio foi realizado no Instituto de Pesquisas da Marinha (IPQM) seguindo os procedimentos estabelecidos pela norma ASTM-D4892 e ASTM-D5550.

$$V_s = V_a - \frac{V_e}{\left(\frac{P_1}{P_2} - 1\right)} \quad (3.17)$$

### 3.14 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A análise morfológica das fibras de junco-sete-ilhas foi realizada por MEV tendo como objetivo investigar detalhes da seção transversal, superfície, microfibrilas, lúmen e o que foi modificado morfológicamente após ser feito determinado tipo de ensaio ou análise. Da mesma forma, análises morfológicas dos compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas foram feitas com o intuito de verificar as superfícies de fratura após a realização dos ensaios. Pelo fato das amostras serem um material polimérico foi necessário metalizar as mesmas no laboratório de microscopia eletrônica do Instituto Militar de Engenharia (IME), utilizando um equipamento de deposição de filme de platina de alto vácuo da marca LEICA, modelo EM ACE600. Além disso, algumas amostras foram metalizadas com um recobrimento condutor de ouro no laboratório multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). O equipamento utilizado foi o Dentonvacuum Desk V.

As micrografias foram obtidas utilizando um MEV da FEI, de modelo quanta FEG 250 no laboratório do IME. A potência usada foi de 15Kv, spot de 4,5 e a distância de trabalho de 10 mm utilizando o modo de análise de elétrons secundários. A FIG. 3.17 exibe o microscópio eletrônico de varredura e o equipamento para deposição do filme de platina, respectivamente, enquanto a FIG.3.18 exibe algumas amostras após o recobrimento de ouro ser realizado.

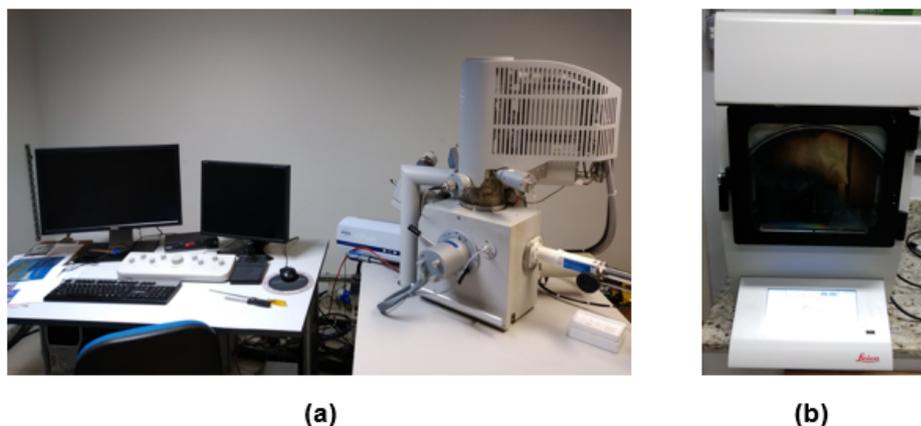


Figura 3.17 – (a) Microscópio eletrônico de varredura FEI modelo Quanta FEG 250; (b) Sistema de deposição de alto vácuo da LEICA modelo EM ACE600.



Figura 3.18 – Amostras dos compósitos após o recobrimento de ouro realizado.

### 3.15 ENSAIO BALÍSTICO

Com o objetivo de avaliar a capacidade de absorção de energia cinética das placas compósitas contendo diferentes frações volumétricas (10, 20 e 30%) das fibras de junco-sete-ilhas, foram confeccionadas um total de 01 amostra para cada fração, com dimensões de 15 x 12 x 1cm<sup>3</sup>. Foi utilizado um rifle de pressão Gunpower SSS com um supressor de ruído Padrão Armas. O projétil é de chumbo de calibre .22 polegada (5,5mm), possuindo uma massa estimada de 3,3 g. 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 ensaio foi realizado na seção de Engenharia de Materiais do IME, especificamente no Laboratório de Ensaios Balísticos, por meio da utilização de um rifle de ar comprimido (com pressão de 4000 psi) que ficou posicionado a 5 m de distância do alvo, esse estava preso por um torno de bancada e alinhado perpendicularmente ao rifle. Um cronógrafo balístico foi posicionado a 10 cm antes do alvo e o outro colocado a 10 cm atrás do alvo. Um total de 5 disparos foram realizados em cada amostra, na FIG. 3.19 é possível visualizar os equipamentos utilizados.



Figura 3.19 – Equipamentos utilizados no ensaio balístico (a) rifle de ar; (b) cronógrafo. (LUZ et al., 2019) (adaptado).

## 3.16 MÉTODO ESTATÍSTICO

Em busca de se obter a confiabilidade e se existe diferença significativa entre os grupos amostrais, os resultados obtidos pelos ensaios mecânicos foram analisados pelo método de Weibull, ANOVA e teste de Tukey.

### 3.16.1 WEIBULL

A distribuição de Weibull é um método estatístico amplamente utilizado para cálculos de confiabilidade e engenharia, possibilitando se adequar a diversos casos através do ajuste de poucos parâmetros. (ABERNETHY et al., 1983; O'CONNOR; KLEYNER, 2012).

A função de distribuição cumulativa de Weibull é apresentada na EQ. 3.18.

$$F(x) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{x}{\Theta}\right)^\beta\right] \quad (3.18)$$

Onde:

$\Theta$  – unidade característica ou parâmetro de escala;

$\beta$  - módulo de Weibull ou parâmetro de forma.

Manipulando matematicamente a EQ. 3.18, obtém-se a EQ. 3.19:

$$\ln\left[\ln\left(\frac{1}{1-F(x)}\right)\right] = \beta \ln(x) - [\beta \ln(\theta)] \quad (3.19)$$

A EQ. 3.11 consiste em uma equação linear, onde:

$\beta$  - coeficiente angular;

$\beta \ln(\theta)$  - coeficiente linear.

Dados ordenados e apresentados de forma crescente possibilitam obter os parâmetros de weibull através do método gráfico (O'CONNOR; KLEYNER, 2012). A distribuição de Weibull foi utilizada para análise dos valores da distribuição de densidade por intervalo de diâmetro, tensão máxima à tração das fibras e compósitos e a energia de impacto absorvida pelos compósitos.

### 3.16.2 ANOVA

Com o intuito de comparar as propriedades obtidas dos ensaios relacionados às diferentes frações volumétricas de reforço, foram utilizados a análise de variância (ANOVA) e o teste Tukey, para comparar os valores médios. Esse teste é conhecido também como teste de diferença significativa (HSD) e permite verificar a igualdade presente nos tratamentos ou a ausência nos grupos de amostras diferentes por meio de um teste de hipóteses. Considerando os resultados dos testes, a suposição de igualdade entre as médias das propriedades pode ser rejeitada ou não, ponderando a diferença mínima significativa (d.m.s), conforme a EQ. 3.20, como fator decisivo.

$$d.m.s. = q \cdot \sqrt{\left(\frac{QMR}{r}\right)} \quad (3.20)$$

Onde:

QMR – quadrado médio do resíduo;

r – número de repetições de tratamento;

q – amplitude total.

A análise de variância é realizada nos dados dos resultados obtidos pelos ensaios realizados para avaliar a ocorrência ou não de diferença significativa entre os valores das propriedades analisadas para as amostras de grupos diferentes. Se ocorrer variação expressiva, o teste de Tukey será utilizado. Dessa forma é possível concluir quantitativa e qualitativamente a configuração que representa resultados mais satisfatórios das propriedades obtidas.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE JUNCO-SETE-ILHAS

#### 4.1.1 ANÁLISE DA VARIAÇÃO DO DIÂMETRO

As FNLS não apresentam uma homogeneidade em suas dimensões como as fibras sintéticas confeccionadas com valores previamente estabelecidos. Apresentando fibras mais grossas e outras mais finas obtidas após um procedimento de extração. Além disso, cada FNL possui uma variação do seu diâmetro ao longo do seu comprimento. Somado ao fato de não existir uma série de informações na literatura sobre a densidade das fibras de junco-sete-ilhas, de sua resistência mecânica à tração, qual intervalo de diâmetro possui uma frequência maior e outras informações relevantes para o prosseguimento do estudo. Foi realizado uma distribuição de frequência dos diâmetros médios das fibras de junco-sete-ilhas, encontrados com o auxílio de um microscópio óptico. A FIG. 4.1 apresenta a região longitudinal das fibras, com um aumento de 5x por meio do microscópio óptico, onde os dados foram coletados (a) fibras finas e (b) fibras grossas.

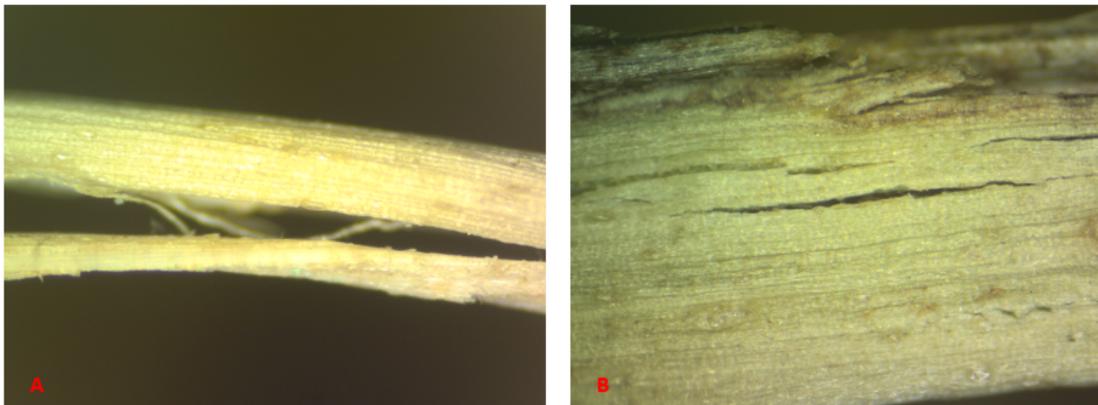


Figura 4.1 – Seção transversal de (a) fibras finas e (b) fibras grossas com uma ampliação de 5X.

Pela FIG. 4.1 é possível observar que existe uma diferença na variação da seção transversal de fibras finas e grossas. Além disso, foi observado que as fibras grossas e finas possuem, respectivamente, alterações no tamanho da seção transversal ao longo do comprimento das fibras. Sendo assim, foram selecionadas aleatoriamente 100 fibras e considerado um perfil geométrico cilíndrico, o diâmetro de cada uma foi obtido através de uma medição de 5 pontos ao longo do comprimento e em seguida girou as mesmas em 90° e repetiu-se o processo. Com os resultados foi possível gerar um histograma, observado na

FIG 4.2 no qual as fibras foram divididas em dez intervalos de diâmetro.

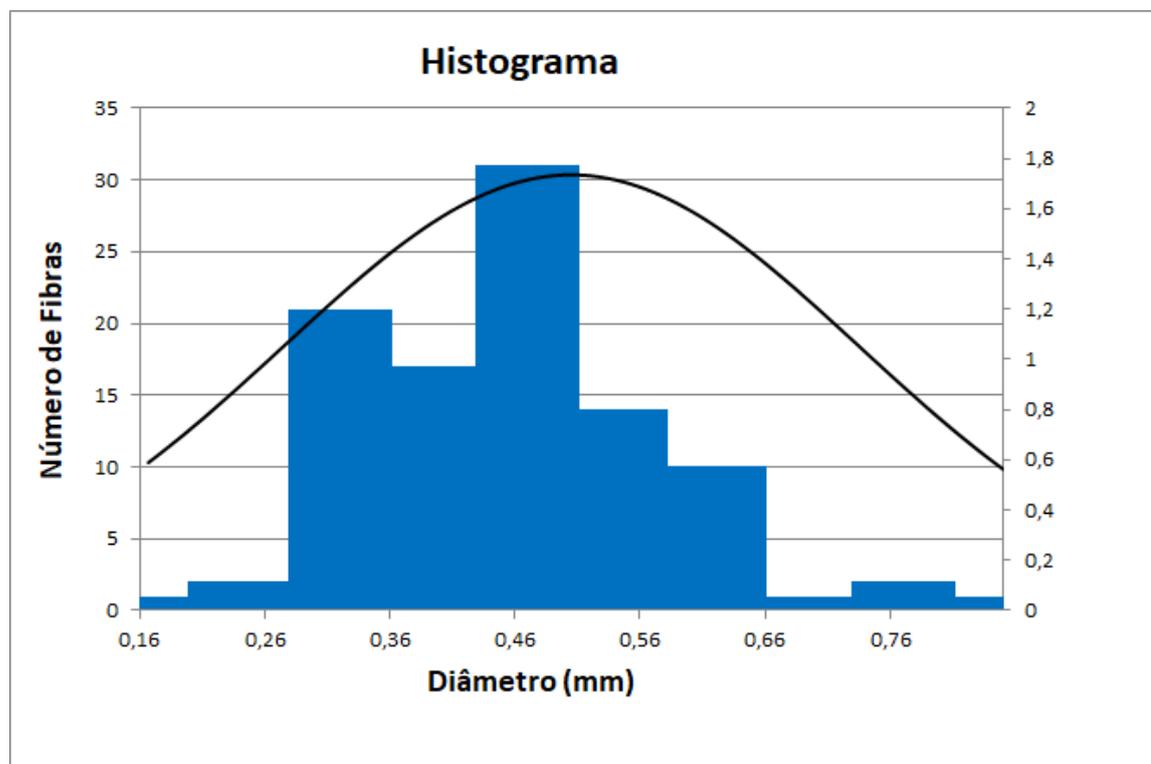


Figura 4.2 – Histograma do número de fibras em relação aos intervalos de diâmetro.

Além disso, a TAB. 4.1 a seguir permite visualizar a frequência relativa das fibras de acordo com as dez classes de diâmetro.

Tabela 4.1 – Intervalo de dimensões da fibra de junco-sete-ilhas.

Classe	Intervalo (mm)	Frequência Relativa (%)
1	0,16 - 0,24	1
2	0,24 - 0,32	2
3	0,32 - 0,39	21
4	0,39 - 0,47	17
5	0,47 - 0,54	31
6	0,54 - 0,62	14
7	0,62 - 0,69	10
8	0,69 - 0,85	1
9	0,77 - 0,85	2
10	0,85 - 0,92	1

Os intervalos apresentaram baixa porcentagem de fibras de 0,16 a 0,32 mm, possivelmente por ser difícil obter fibras finas desfiadas manualmente sem provocar rompimento das mesmas. As FNLs com maiores diâmetros variando de 0,69 a 0,92 mm apresentaram baixa frequência relativa, possivelmente devido à existência de um maior número de defeitos

presentes em maiores diâmetros, tornando difícil obter fibras desfiadas nesse intervalo. Por outro lado, o intervalo que apresentou o maior número de fibras foi o intervalo de 0,47 a 0,54 mm. Esse comportamento é observado em outros estudos. (MONTEIRO et al., 2013; REIS et al., 2020).

#### 4.1.2 DENSIDADE

A densidade foi obtida através de um cálculo realizado a partir das medidas de massa e volume de cada fibra. Logo em seguida dividiu esses valores em 6 intervalos considerando um diâmetro médio para cada intervalo, como pode ser observado na FIG. 4.3, FIG. 4.4 e na TAB. 4.2 apresenta os valores da densidade e diâmetro médios, assim como a densidade média característica ( $\theta$ ) e os parâmetros  $R^2$  e  $\beta$ . Foi possível obter os dados utilizando o programa *Weibull Analysis*, através do método de Máxima Verossimilhança.

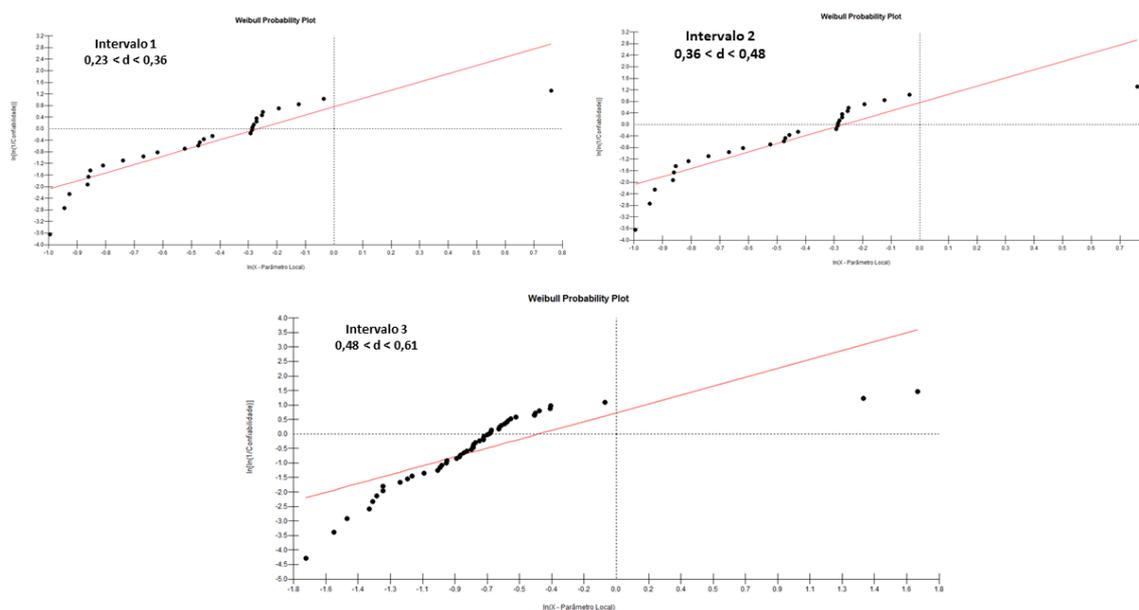


Figura 4.3 – Gráfico de Weibull relacionando os parâmetros das diferentes densidades distribuídas nos primeiros intervalos de diâmetro.

Tabela 4.2 – Densidade média e característica para cada intervalo de diâmetro das fibras de junco-sete-ilhas.

d médio (mm)	$\rho$ média (g/cm <sup>3</sup> )	Desvio Padrão (g/cm <sup>3</sup> )	$\beta$	$\theta$ (g/cm <sup>3</sup> )	R <sup>2</sup>
0,23 - 0,36	0,7392	0,1492	5,725	0,7969	0,8386
0,36 - 0,48	0,6845	0,2589	2,873	0,7688	0,7947
0,48 - 0,61	0,6131	0,3511	1,696	0,6484	0,6362
0,61 - 0,74	0,3776	0,0813	5,342	0,4094	0,9354
0,74 - 0,86	0,3349	0,1108	3,365	0,3764	0,6955
0,86 - 0,92	0,2200	0,0354	7,305	0,2336	0,9684

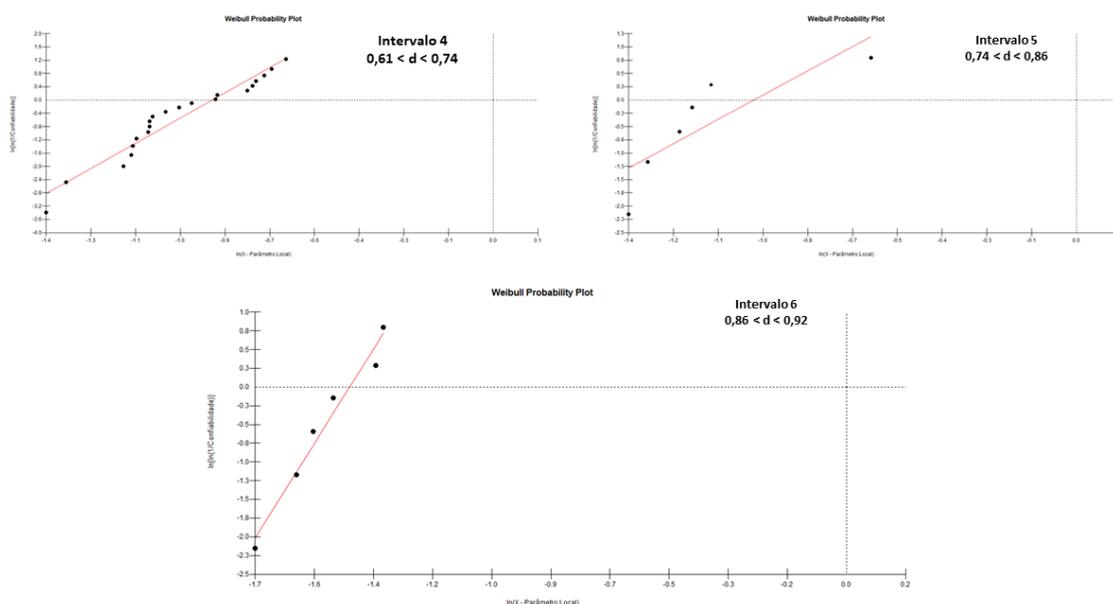


Figura 4.4 – Gráfico de Weibull relacionando os parâmetros das diferentes densidades distribuídas nos últimos intervalos de diâmetro.

O parâmetro R<sup>2</sup> indica a qualidade do ajuste da reta de Weibull aos dados coletados. Valores próximos da unidade (acima de 0,90) mostram uma boa qualidade do ajuste linear, indicando que os dados estão distribuídos conforme uma função de Weibull de parâmetros  $\beta$  e  $\theta$ . O parâmetro  $\theta$ , por sua vez, indica o valor aproximadamente central da distribuição característica. Já o parâmetro  $\beta$  é uma medida da confiabilidade das medidas, pois, quanto maior o seu valor, mais estreita é a distribuição. Os altos valores de  $\beta$  obtidos (7,305 e 5,725) destacam a homogeneidade das fibras de junco-sete-ilhas em função da densidade e diâmetro (O’CONNOR; KLEYNER, 2012).

Através dessa análise foi possível observar que os valores de  $\theta$  seguiram a mesma tendência dos valores do diâmetro médio encontrados para a fibra de junco-sete-ilhas. Além

do parâmetro  $R^2$  indicar um valor mais próximo de 1 para os diâmetros médios de 0,61 e 0,86 mm, indicando uma qualidade do ajuste de precisão, justificando a boa aproximação da densidade característica em relação à média, garantindo uma boa confiabilidade aos valores estatísticos.

Além disso, é possível observar que o  $R^2$  possui o menor coeficiente para o diâmetro de 0,48 mm, sendo o mesmo o mais provável a ter uma frequência relativa. Devido a isso a presença de um maior número de amostras que possuem um diâmetro médio diferente aumenta e contribui para uma maior heterogeneidade do grupo amostral como um todo, sendo corroborado. A partir dos dados apresentados na TAB. 4.2 foi possível construir um gráfico relacionando o diâmetro médio à densidade média das fibras, de acordo com a FIG. 4.5.

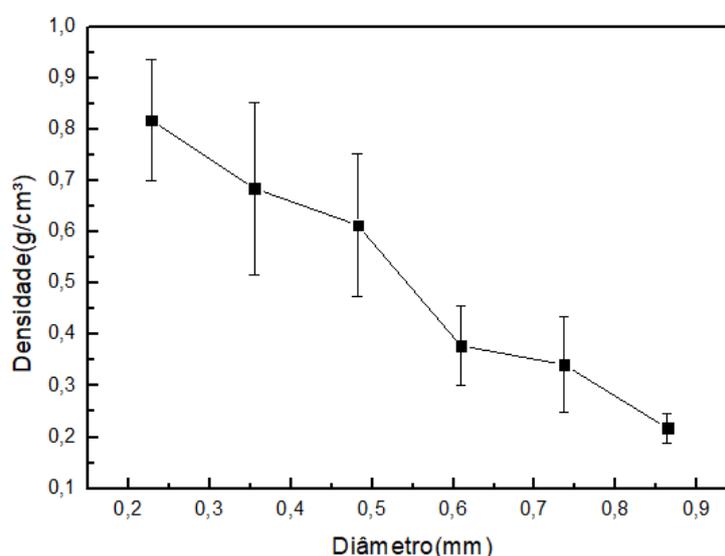


Figura 4.5 – Gráfico da dependência da densidade da fibra de junco-sete-ilhas em relação ao diâmetro.

É possível observar que a tendência é a diminuição da densidade com o aumento do diâmetro, de acordo com o que ocorre para as demais FNLs anteriormente estudadas na literatura (MONTEIRO et al., 2011). Com o intuito de observar como a densidade característica se comporta em relação ao diâmetro, se relacionou os valores da densidade característica de Weibull com os diâmetros médios de cada intervalo. O gráfico é representado pela FIG. 4.6 e demonstra que os valores da densidade característica tiveram uma tendência a diminuir com o aumento do diâmetro, sendo observado o mesmo comportamento em FNLs anteriormente estudadas. (SATYANARAYANA; ARIZAGA; WYPYCH, 2009)

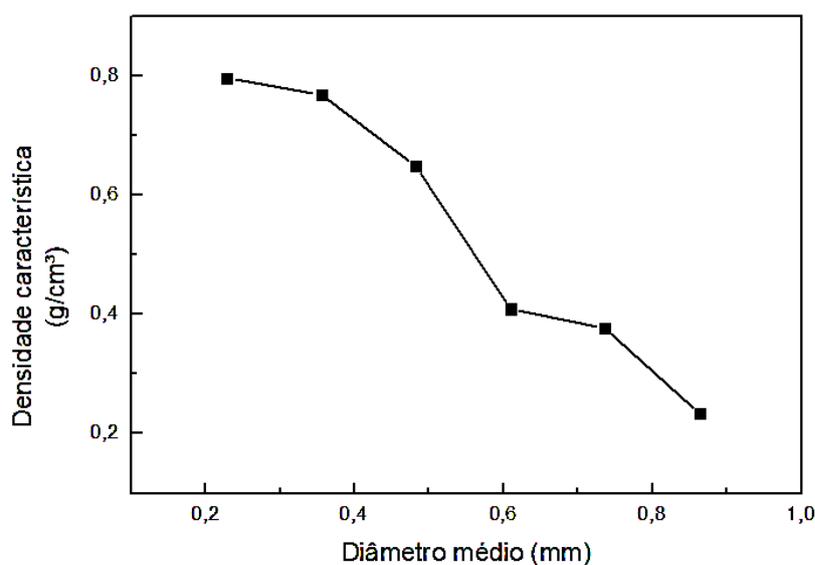


Figura 4.6 – Relação entre a densidade característica e o diâmetro das fibras de junco-sete-ilhas.

Conforme a literatura, alguns autores relacionam as propriedades de certas fibras lignocelulósicas com o inverso do seu diâmetro através de uma reta crescente (SATYANARAYANA et al., 2011). O inverso do diâmetro relacionado com a densidade característica da fibra de junco juntamente com a aproximação linear dos seus pontos, é exibido na FIG. 4.7.

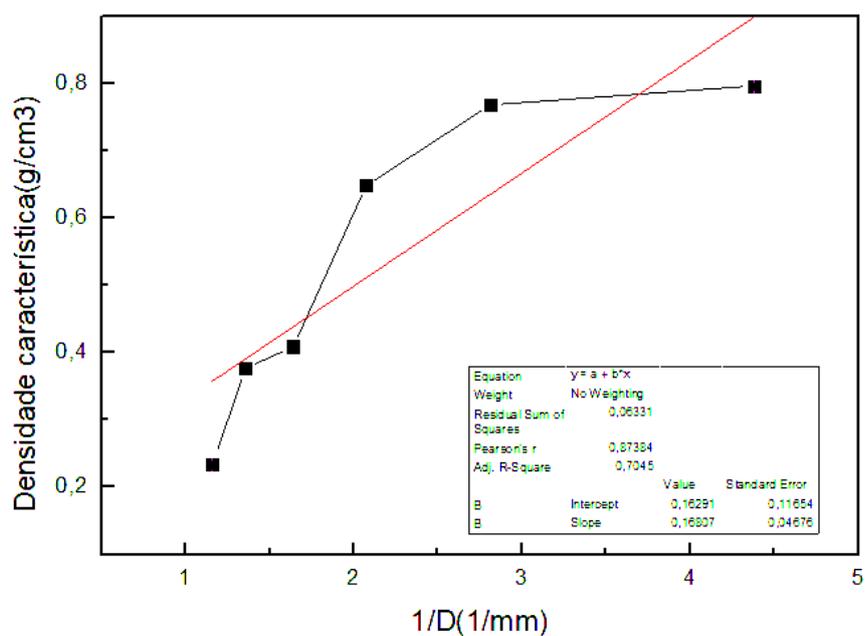


Figura 4.7 – Relação da densidade característica e o inverso do diâmetro.

Tomando como base a aproximação linear realizada, se desenvolveu a EQ. 4.1

aproximando a variação da massa específica  $\rho$  relacionado ao diâmetro (D) da fibra EQ. 4.7:

$$\rho = \frac{0,16807}{D} + 0,16291 \quad (4.1)$$

A EQ. 4.1 permite observar que o valor da densidade tende a se aproximar do valor de  $0,16291 \text{ g/cm}^3$  à medida que o valor do diâmetro aumenta, por outro lado a densidade tende a crescer quando os valores do diâmetro se tornam cada vez menores. Dessa forma é possível encontrar o valor aproximado da densidade característica para cada uma das 100 amostras, por meio da inserção do valor do diâmetro médio em milímetros. Além disso foi realizado uma média, entre os 6 valores de densidade por intervalos de diâmetro obtidos, sendo encontrado o valor de  $0,46 \pm 0,1934 \text{ g/cm}^3$ . A regra das misturas foi empregada com a finalidade de averiguar se o valor calculado está correto, em função disso o cálculo foi feito a partir das dimensões de uma placa de compósito de 10% em volume de fibra. Verificando os valores de massa e volume teóricos da placa e após ser produzida os valores reais de massa e volume da placa foram calculados, dessa forma se encontrou que o valor médio da densidade geométrica linear está correto.

O aumento da densidade relacionado diretamente com a diminuição do diâmetro pode ser concedido devido à menor existência de defeitos em fibras finas (SATYANARAYANA et al., 2011). Além disso, pode ser observado no gráfico que o quarto e quinto intervalos não seguem a tendência linear dos demais e pode ser explicado pela pequena variância entre os valores existentes nos intervalos de diâmetro. Aliado ao fato de ambos intervalos possuírem baixos valores dos parâmetros de R e  $\beta$  responsáveis por indicar a qualidade do ajuste à aproximação linear. As imagens em microscopia eletrônica de varredura na FIG. 4.8 demonstram de uma forma mais clara a diferença entre as superfícies de uma fibra com maior diâmetro e outra com um diâmetro menor.

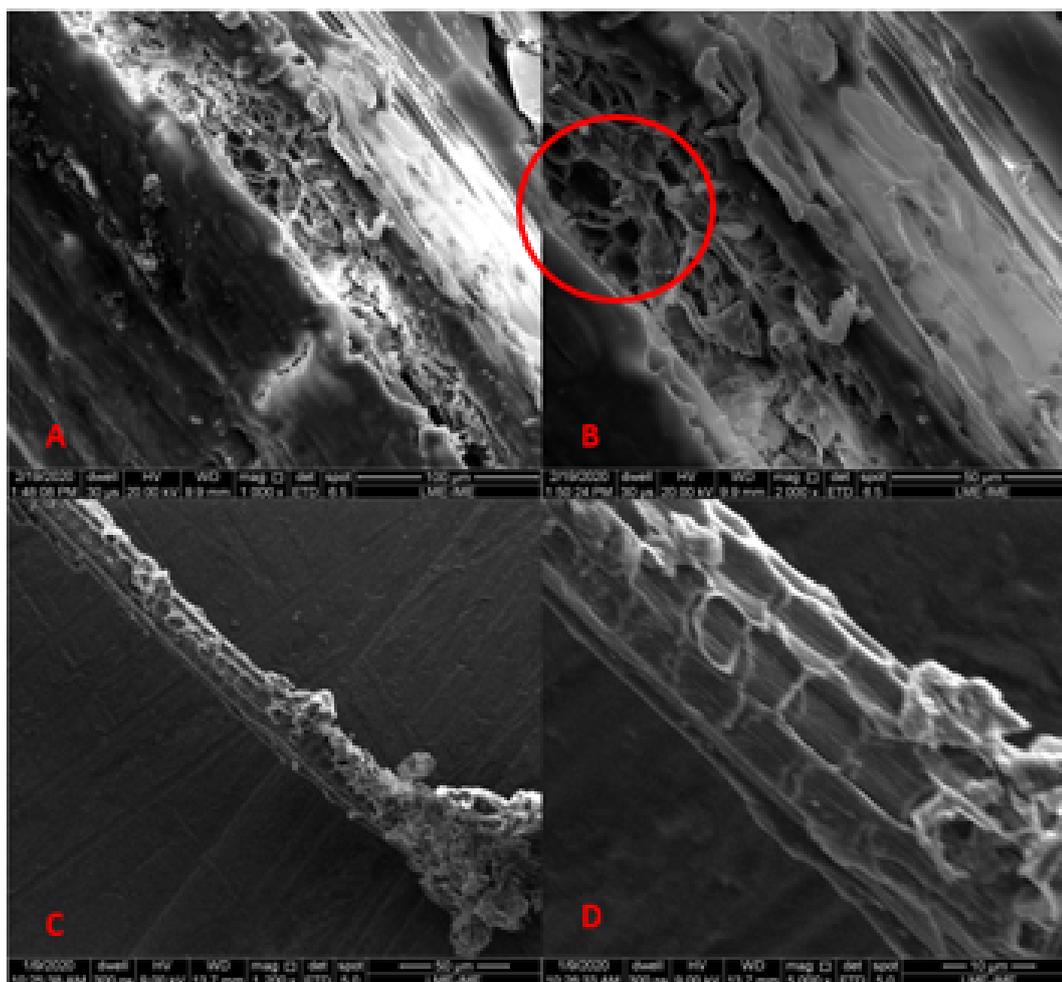


Figura 4.8 – Superfície de uma fibra grossa com um aumento de (a) 1500X e (b) 2000X; superfície de uma fibra fina com um aumento de (a) 1200X e (b) 5000X.

A presença de defeitos superficiais na fibra grossa é nítida ao se notar em uma ampliação de 2000X. Na FIG 4.8 (b) há presença de vazios no interior da fibra podendo atuar como um mecanismo de defeito facilitando a ruptura em valores baixos de tensões superficiais. A fibra fina representada na FIG. 4.8 (c) apresenta uma superfície mais homogênea e sem uma aparente presença de defeitos superficiais corroborando com os parâmetros que proporcionam uma melhora na resistência conforme a literatura (MONTEIRO et al., 2017).

### 4.1.3 PICNOMETRIA GASOSA

O resultado da picnometria gasosa para determinar a densidade absoluta das fibras de junco-sete-ilhas, obtido no laboratório do IPQM foi de  $1,8861 \pm 0,0939 \text{ g/cm}^3$ , após serem realizados ajustes necessários na preparação dos corpos de prova para extinguir todas as heterogeneidades e impurezas.

Esse valor representa cerca de quatro vezes o valor de  $0,46 \pm 0,1934 \text{ g/cm}^3$ , essa

grande diferença acontece devido a picnometria gasosa por gás hélio fornecer o valor da densidade absoluta quando todos os poros do material estão preenchidos pelo gás hélio utilizado, determinando somente a densidade da parte lenhosa da FNL.

#### 4.1.4 TEOR DE UMIDADE

Foi realizado, segundo a norma ASTM D1348, medições em 5 amostras com o intuito de obter um resultado do teor de umidade médio da fibra de junco-sete-ilhas. Os resultados obtidos são apresentados na TAB. 4.3, sendo necessário repetir o processo quatro vezes até obter uma perda de massa equivalente a 0,005 g. O teor de umidade calculado da fibra de junco-sete-ilhas foi de 15,2314 %, demonstrando ser mais alto do que valores presentes em outras fibras pesquisadas como a fibra de bananeira de 11,4%, açaí com 12%, juta com 9,5% e sisal 12,5%, esse comparativo está presente na TAB. 4.4. Sendo necessária a secagem em estufa para garantir uma boa adesão entre as interfaces da matriz e do reforço. (BANNA et al., 2011; GOMES; VISCONTE; PACHECO, 2013).

Tabela 4.3 – Percentual de umidade das amostras de junco-sete-ilhas.

amostra	$m_i$ (g)	2 (h)	2 (h) e 30 min	3 h	3 (h) e 30 min	Umidade (%)
1	0,4292	0,3787	0,3828	0,3580	0,3779	13,5750
2	0,6351	0,5737	0,5640	0,5523	0,5510	15,2632
3	0,7191	0,6161	0,6120	0,6088	0,6215	15,7039
4	1,2151	1,0881	1,0726	1,072	1,0709	13,4653
5	0,4888	0,4305	0,4201	0,4200	0,4179	16,9658

Tabela 4.4 – Comparativo com outras FNLs.

Fibras	Teor de umidade (%)	Referências
Junco-sete-ilhas	15,23	PT*
Bananeira	11,40	BANNA, 2013
Açaí	12,00	BANNA, 2013
Juta	9,50	BANNA, 2013
Sisal	12,50	BANNA, 2013

\*PT= Presente trabalho.

#### 4.1.5 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Buscando entender melhor as propriedades mecânicas de uma fibra natural, é primordial a análise da composição química. Dessa forma, os resultados obtidos para a fibra de junco-sete-ilhas estão presentes na TAB. 4.5, assim como a comparação com uma fibra do mesmo gênero botânico presente na literatura (BENAZIR et al., 2010). Os teores

de umidade (TU%), extrativos (TE%), cinzas (TC%), lignina (TLI%), holocelulose (TH%), hemicelulose (The%) e celulose (TA%) estão presentes na TAB. 4.5.

Tabela 4.5 – Comparação da composição química da fibra de junco-sete-ilhas com uma fibra do mesmo gênero botânico.

Fibra	TU%	TE%	TC%	TLI%	TH%	The%	TA%	Referências
<i>Cyperus malaccensis</i>	1,9432 ±	10,7627 ±	1,8447 ±	42,4698 ±	88,3732 ±	43,2666 ±	45,1065 ±	PT*
<i>Cyperus Pangorei</i>	9,2	-	-	13,28	82,92	41,13	41,79	(Benazir et al., 2010)

\*PT= Presente trabalho.

Os teores de holocelulose, hemicelulose e celulose da fibra de junco-sete-ilhas se encontram próximos dos resultados obtidos para a fibra do mesmo gênero. Entretanto, o teor de lignina apresenta ser mais elevado para a fibra *cyperus malaccensis* se comparado a *cyperus pangorei*. O baixo percentual de celulose pode ser um indicativo de um fraco desempenho mecânico da fibra, devido a maior quantidade de conteúdo de celulose estar intimamente ligado a essa propriedade (DEMOSTHENES et al., 2020).

#### 4.1.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Após a análise realizada a partir da fibra de junco-sete-ilhas foi possível obter um difratograma apresentado pela FIG. 4.9, de acordo com a literatura de diversos estudos os picos presentes em fibras naturais são associados com as fases amorfa e cristalina, sendo pertencentes aos planos (1 0 1) e (0 0 2) respectivamente. O pico encontrado a 18,10° das fibras de junco-sete-ilhas representam a presença de lignina, pectina, hemicelulose, enquanto o pico correspondente a 25,63° representa a celulose. A proeminência e encurtamento do pico relativo à celulose aumenta à medida que o conteúdo presente de celulose cristalina na fibra se torna maior. (LEE et al., 2015; VIJAY et al., 2019).

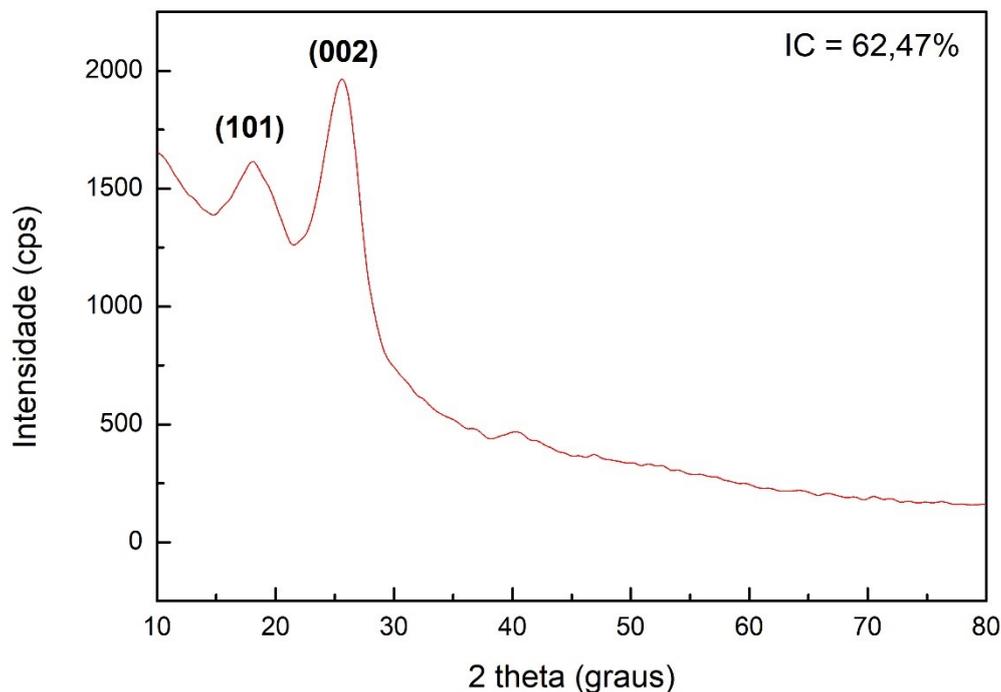


Figura 4.9 – Difratograma das fibras de junco-sete-ilhas sem tratamento.

O método formulado por Segal et al. (1959) foi utilizado para calcular o índice de cristalinidade a partir da EQ. 3.14 e indicou uma cristalinidade elevada para as fibras de junco-sete-ilhas com o valor de  $I_c = 62,47\%$ . Este índice está diretamente relacionado ao conteúdo de celulose presente, por sua vez, quanto maior o conteúdo de celulose melhor serão as propriedades relacionadas à rigidez e à resistência e também são ligadas diretamente a um ângulo microfibrilar pequeno (DEMOSTHENES et al., 2020).

$$I_c = 1 - \frac{1180,9}{3146,7}$$

$$I_c = 0,6247$$

Em outro estudo realizado por Mayandi et al. (2016) para a fibra *Cyperus pangorei*, do gênero *Cyperus*, o primeiro pico foi observado em  $15,7^\circ$  correspondendo ao plano (110) e o segundo pico foi observado em  $22,1^\circ$  correspondendo ao plano (200). O índice cristalino calculado foi de 41%, possuindo uma diferença significativa em comparação com as fibras de junco-sete-ilhas. O comparativo entre as duas fibras do mesmo gênero se encontram presentes na TAB. 4.6.

Tabela 4.6 – Comparativo entre fibras do gênero botânico *Cyperus*.

Fibras	(101)	(002)	IC
<i>Cyperus malaccensis</i>	18,10°	25,63°	62,47%
<i>Cyperus pangorei</i> *	15,70°	22,10°	41%

\*(MAYANDI et al., 2016)

O ângulo microfibrilar (AMF) foi obtido a partir do difratograma gerado e tomando como base a parte cristalina da fibra diretamente relacionada com o pico (2 0 0) com o auxílio do programa *OriginLab* e alguns cálculos realizados (SEIFERT, 2014). De acordo com o observado, na FIG. 4.9, o segundo pico é referente à fração cristalina das FNLs, quanto menor for esse ângulo maior serão suas propriedades mecânicas. Para a fibra de junco-sete-ilhas o AMF foi validado com 7,36°. Sendo um indicativo, juntamente ao índice de cristalinidade, de que as propriedades de resistência à tração e ao módulo de elasticidade possuem valores elevados se comparados às outras fibras previamente estudadas na literatura.

Conforme a TAB. 2.3 relaciona as propriedades mecânicas com o AMF de outras fibras como a guarumã, sisal, cânhamo e juta. Essa correlação exata não é possível, devido a outros fatores que influenciam na variação das propriedades das fibras, como o teor de umidade, idade da planta, técnicas de desfiamento, sua origem e até a velocidade do ensaio. (MOHANTY et al., 2000; MONTEIRO et al., 2011).

#### 4.1.7 ENSAIO DE TRAÇÃO

A TAB 4.7 demonstra os valores de tensão máxima obtida no ensaio de tração relacionados aos intervalos de diâmetro, além disso, estão presentes os parâmetros de  $\beta$ ,  $R^2$  e a tensão máxima característica ( $\Theta$ ). Enquanto a FIG. 4.10 e FIG.4.11 exibem os gráficos de Weibull.

Tabela 4.7 – Resultados referente ao ensaio de tração das fibras de junco-sete-ilhas e parâmetros de Weibull.

d (mm)	$\sigma$ (MPa)	Desvio	$\theta$	$(R^2)$	
		Padrão			
0,2300 - 0,3600	163,4800	84,8800	2,0740	189,400	0,9776
0,3600 - 0,4800	81,7300	14,2800	6,6850	87,2600	0,8895
0,4800 - 0,6100	66,0200	47,8300	1,4750	76,6700	0,9279
0,6100 - 0,7400	32,3500	282,7000	0,4586	46,9400	0,7648
0,7400 - 0,8600	61,8300	33,1200	1,9950	71,3300	0,9735
0,8600 - 0,9200	40,7400	20,6600	2,1360	47,3500	0,7506

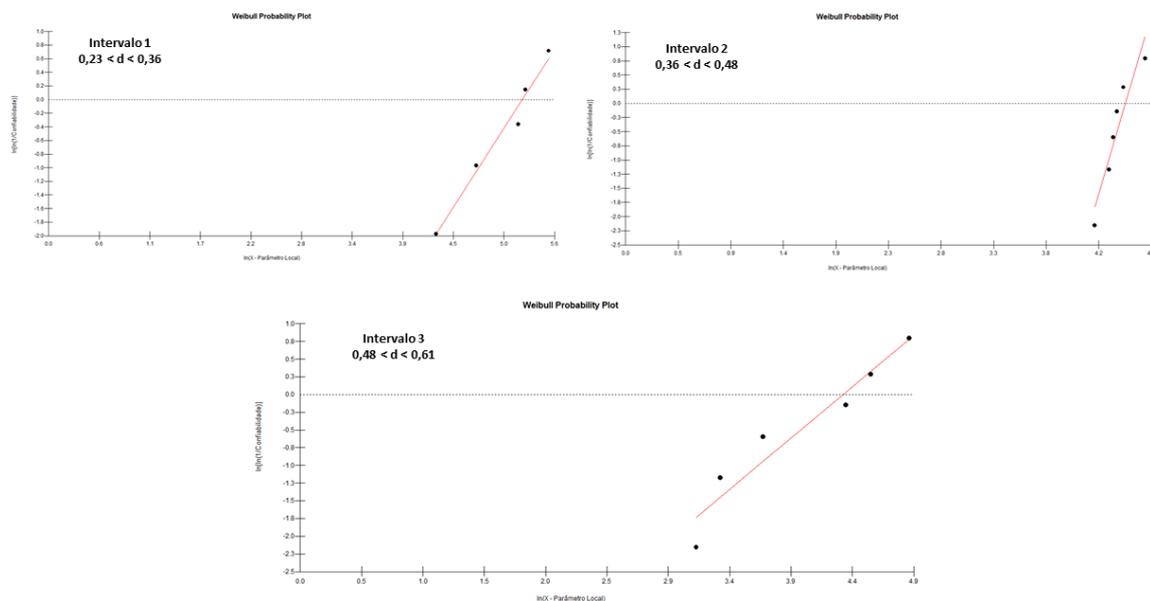


Figura 4.10 – Gráfico de Weibull relacionando os parâmetros para os primeiros intervalos de diâmetro.

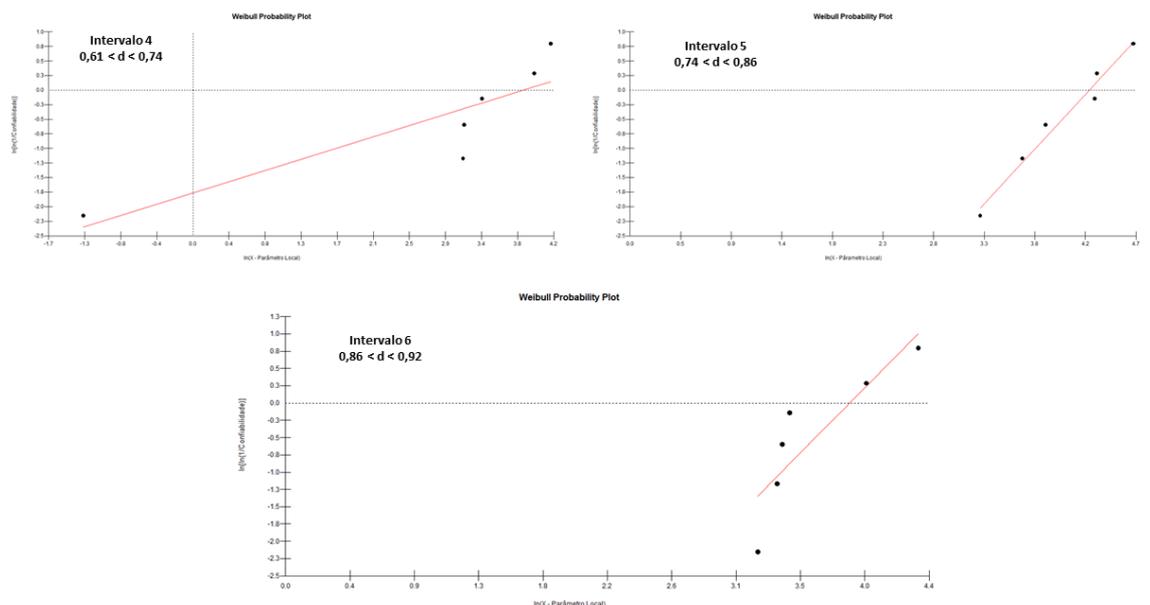


Figura 4.11 – Gráfico de Weibull relacionando os parâmetros para os últimos intervalos de diâmetro.

Baseado nos valores do parâmetro  $R^2$  pode ser concluído que os dados seguem uma distribuição estatística de Weibull com boa precisão. No gráfico da FIG. 4.12 exibe a tensão máxima em função do diâmetro médio das fibras de junco-sete-ilhas. O gráfico constata a existência de uma tendência de aumento significativo com a diminuição do diâmetro,

evidenciando uma diferença significativa das propriedades mecânicas em fibras com maiores diâmetros. Uma menor presença de quantidades de defeitos presentes em fibras de menor diâmetro justifica essa diferença nas propriedades mecânicas. (MONTEIRO et al., 2009).

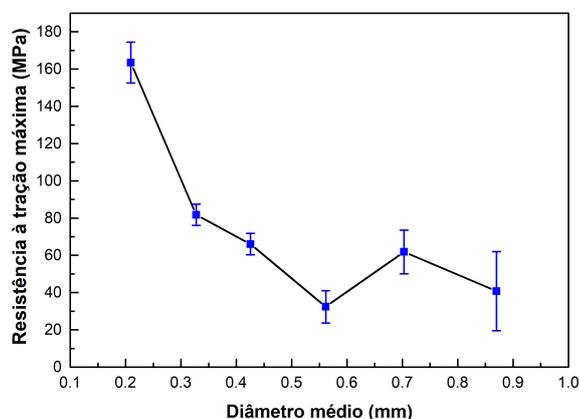


Figura 4.12 – Tensão máxima à tração em função dos intervalos de diâmetro.

Os valores de tensão característica da fibra de junco-sete-ilhas foram encontrados através da estatística de Weibull. O resultado obtido é demonstrado na FIG. 4.13 e fornece uma visualização de uma queda abrupta do valor da tensão característica do primeiro intervalo para o segundo e uma constante tendência à diminuição da tensão até o intervalo de maior diâmetro. Foi possível observar que o penúltimo intervalo apresentou valor maior comparados ao último.

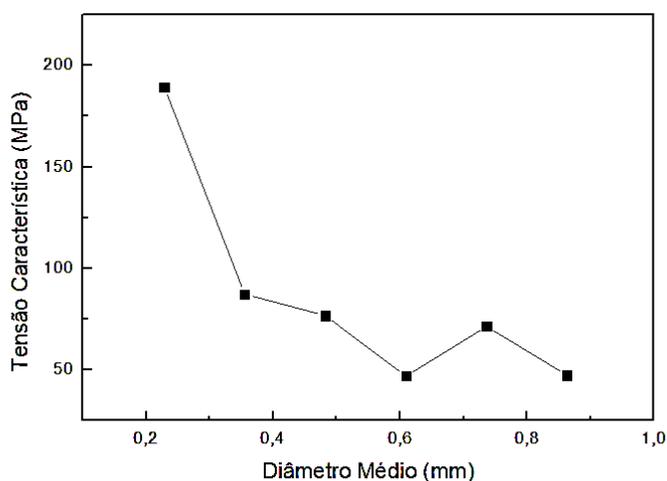


Figura 4.13 – Tensão máxima característica em função do diâmetro.

Ainda foi realizado uma aproximação linear através de um gráfico representando a relação da tensão característica com o inverso do diâmetro, segundo FIG. 4.14. De acordo

com Satyanarayana et al. (2011), é possível formular uma equação relacionando à tensão em função do inverso do diâmetro adotando dados obtidos pela aproximação linear.

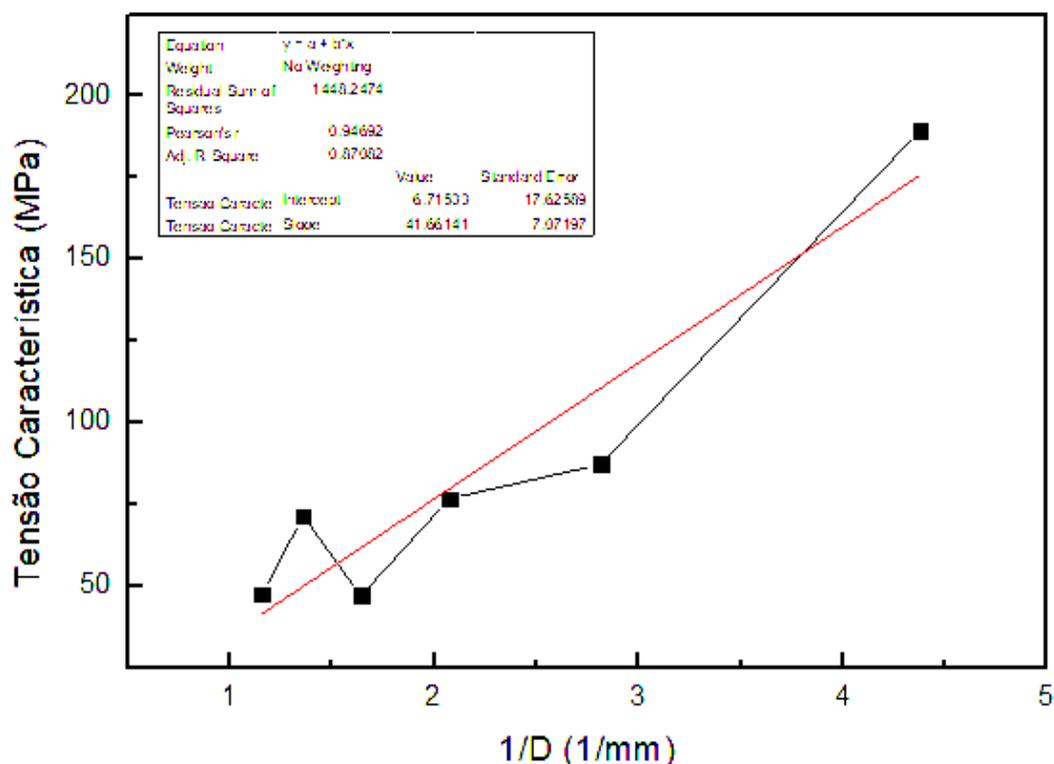


Figura 4.14 – Ajuste linear da tensão característica em função do inverso do diâmetro.

Através da correlação matemática conferindo uma equação EQ. 4.2, demonstrada a seguir.

$$\sigma = \frac{41,66141}{D} - 6,71533 \quad (4.2)$$

O fato do valor da tensão diminuir com o aumento do diâmetro está estatisticamente associado com o maior número de fibrilas presentes em fibras mais grossas. Dessa forma, pode causar uma ruptura prematura e isso atuar como um defeito causando o rompimento da fibra em um valor de tensão baixo se comparado às fibras mais finas por possuírem menos defeitos e apresentarem uma ruptura mais uniforme. A redução nas propriedades mecânicas ainda é associada com um acúmulo de defeitos dentro das variações de diâmetro da fibra (MONTEIRO et al., 2017). As micrografias obtidas por MEV presentes na FIG. 4.15 corroboram com os mecanismos que causam uma falha prematura em FNLs.

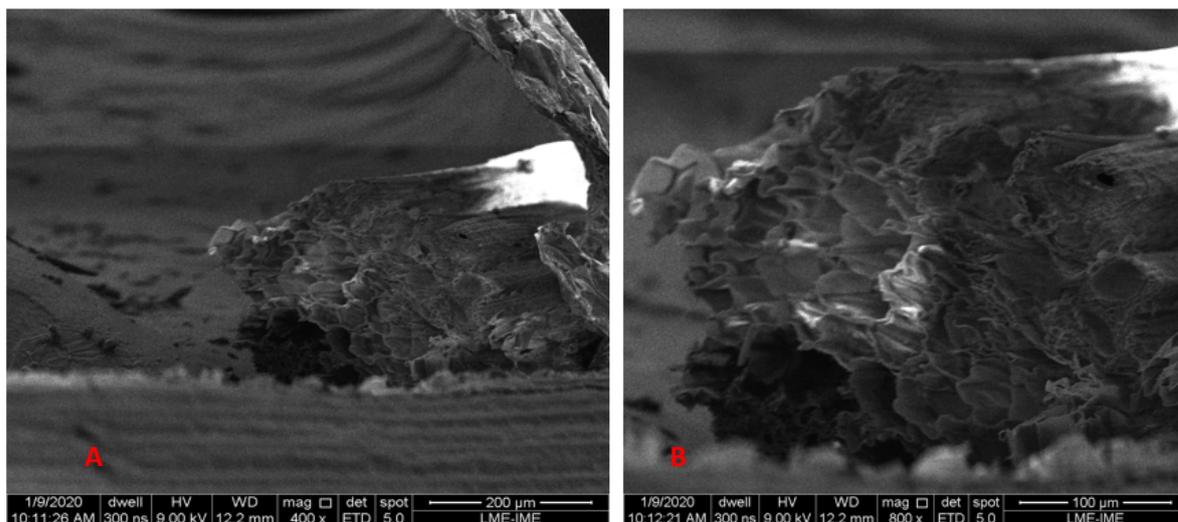


Figura 4.15 – Seção transversal de uma microfibrila de junco-sete-ilhas aumento de(a) 400X e (b) 800X.

A FIG. 4.15 (a) indica a presença de fibrilas no interior de uma fibra em uma amostra de fibra grossa e indica que as fibrilas de junco-sete-ilhas possuem diversos vazios em sua estrutura, possivelmente isso confere uma queda nas propriedades de resistência à tração conforme foi analisado na FIG. 4.12.

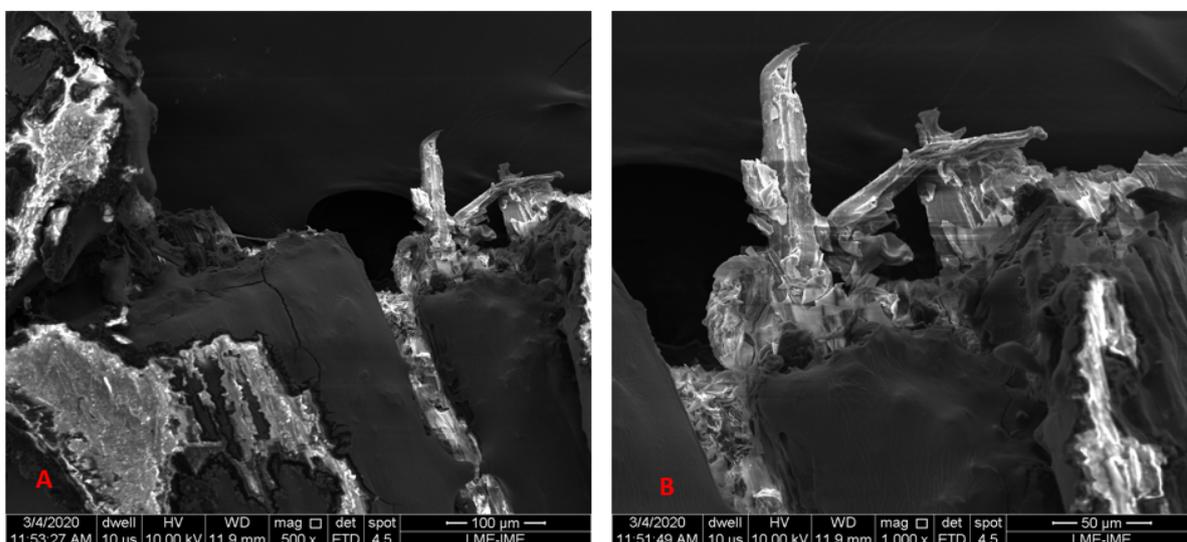


Figura 4.16 – Detalhe da superfície de uma fibra rompida sob esforço de tração (a) 500X e (b) 1000X.

Por outro lado, a FIG. 4.16 (a) representa a superfície de uma fibra grossa após ter sofrido ensaio de tração, sendo possível observar a presença de fibrilas na seção transversal da fibra de junco-sete-ilhas, corroborando com o fato de aumentar a probabilidade de existir um maior número de fibrilas defeituosas e frágeis. Essas fibrilas, por possuírem diversas

regiões com uma estrutura cavernosa, aumenta a probabilidade das fibras romperem prematuramente. Buscando avaliar a influência do diâmetro médio das fibras de junco-sete-ilhas com as propriedades mecânicas foi empregado a análise de variância (ANOVA), os resultados se encontram presentes na TAB 4.8.

Tabela 4.8 – Análise de variância da tensão de tração máxima média para os diferentes intervalos de diâmetro.

Fonte da Variação	Soma de quadrados	GL	Quadrado Médio	F calculado	Valor P	F crítico
Entre grupos	53478,08	5	10695,62	7,864096	0,000167	2,620654
Dentro dos grupos	32641,36	24	1360,06			
Total	86119,44	29				

Baseando-se nos valores presentes na TAB. 4.8 após ser realizado a análise de variância, rejeita-se a hipótese de que as médias são iguais com um nível de significância de 5%, devido ao  $F_{\text{calculado}}$  (7,86) ser maior do que o  $F_{\text{crítico}}$  (2,62). Além disso, o valor de P possui um valor muito menor que 5% de nível de significância. Indicando que os resultados são diferentes para cada intervalo de diâmetro. Portanto, para a comparação de médias obtidas em cada intervalo foi aplicado o Teste de Tukey com um nível de confiança de 95%, possibilitando avaliar qual intervalo possui melhor propriedade de resistência à tração. O valor encontrado para a diferença média significativa (d.m.s) foi de 72,72. Os resultados encontrados para as diferenças entre os valores de tensão máxima média à tração para cada intervalo de diâmetro se encontram presentes na TAB. 4.9. É possível observar que os resultados referentes ao primeiro intervalo de diâmetro exibiram um melhor desempenho que os outros para um nível de confiança de 5%. Sendo as diferenças significativas superiores ao valor d.m.s (72,72), e justamente pelos outros intervalos não possuírem um valor superior não existe diferença significativa entre os valores observados.

Tabela 4.9 – Resultados para as diferenças entre os valores médios dos intervalos de diâmetro após aplicação do teste de Tukey.

Intervalo de diâmetro	1°	2°	3°	4°	5°	6°
1°	<b>0</b>	<b>78,67</b>	<b>88,89</b>	<b>124,72</b>	<b>110,72</b>	<b>119,65</b>
2°	<b>78,67</b>	0	10,32	46,05	32,10	40,97
3°	<b>88,89</b>	10,32	0	35,72	21,77	30,65
4°	<b>124,72</b>	46,05	35,72	0	13,95	5,07
5°	<b>110,72</b>	32,10	21,77	13,95	0	8,88
6°	<b>119,65</b>	40,97	30,65	5,07	8,88	0

Ainda foi calculado o módulo de elasticidade máximo das fibras de junco-sete-ilhas para cada intervalo de diâmetro juntamente com a deformação máxima percentual, a partir dos dados adquiridos pelo ensaio de tração. Os valores médios para cada intervalo e o desvio padrão estão respectivamente representados na TAB. 4.10 e FIG. 4.17. Ocorreu um aumento no módulo de elasticidade das fibras à medida que o diâmetro das fibras tende a diminuir, podendo estar diretamente relacionado com a resistência à tração das fibras possuir uma relação de aumento com a diminuição dos diâmetros das fibras. Em relação a deformação máxima, os grupos de diâmetro mostraram valores próximos exceto o intervalo de diâmetro correspondente a 0,61mm, por sua vez, demonstrou a menor deformação máxima.

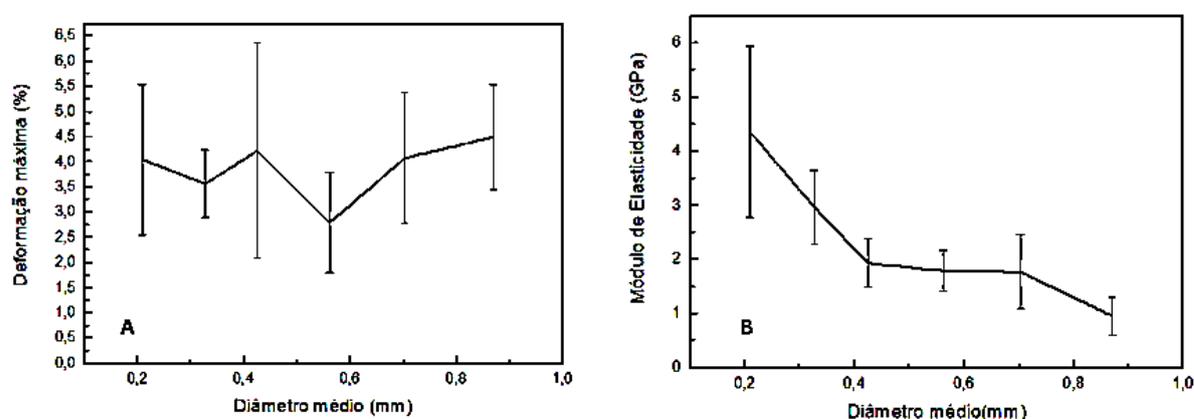


Figura 4.17 – Gráficos relacionando o desvio padrão e o intervalo de diâmetro com a (a) deformação máxima e (b) módulo de elasticidade.

Tabela 4.10 – Resultados para a deformação máxima e o módulo de elasticidade das fibras de junco-sete-ilhas divididos em diferentes grupos de diâmetro.

Intervalos de diâmetro (mm)	Deformação Máxima (%)	E (GPa)
0,23 - 0,36	4,05 ± 1,49	4,36 ± 1,58
0,36 - 0,48	3,56 ± 0,67	2,96 ± 0,68
0,48 - 0,61	4,22 ± 2,13	1,92 ± 0,44
0,61 - 0,74	2,79 ± 0,99	1,79 ± 0,39
0,74 - 0,86	4,07 ± 1,3	1,77 ± 0,68
0,86 - 0,92	4,49 ± 1,04	0,96 ± 0,35

Ademais, adotando os padrões da norma ASTM-D3379 uma fibra do mesmo gênero botânico conhecida como (*Cyperus pangorei*) obteve resistência de  $196 \pm 56$  MPa, deformação percentual de 1,69% e um módulo de elasticidade de  $11,6 \pm 2,6$  GPa de fibras com o diâmetro variando entre  $0,1331 \pm 0,017$  mm (MAYANDI et al., 2016). Considerando o valor obtido de 163,48 MPa para o menor intervalo de diâmetro de 0,23 a 0,36 mm,

pode-se concluir que as fibras de junco-sete-ilhas apresentam propriedades mecânicas com valores similares entre uma espécie de mesmo gênero. A comparação entre as fibras do mesmo gênero botânico estão presentes na TAB. 4.11.

Tabela 4.11 – Comparativo entre fibras do gênero botânico *Cyperus*

Fibras	$\sigma$ (MPa)	Deformação Máxima (%)	E (GPa)	D (mm)
<i>Cyperus malaccensis</i>	163,48	4,08	4,36	0,230 - 0,360
<i>Cyperus pangorei</i>	196 $\pm$ 56	1,69 %	11,60 $\pm$ 2,60	0,133 $\pm$ 0,017

#### 4.1.8 ENSAIO DE PULLOUT

Os resultados obtidos pelo ensaio de *pullout* permitiram a construção do gráfico apresentado na FIG. 4.18, um comportamento similar ao modelo proposto por Kelly e Tyson (1965) pode ser observado. No primeiro estágio, a resistência à tração aumenta linearmente com o comprimento de embutimento da fibra na matriz. Quando a resistência atinge a tensão limite da fibra, ocorre a ruptura. O comprimento de embutimento no qual a fibra falha é conhecida como comprimento crítico ( $l_c$ ). O valor do comprimento determina se a fibra é longa o suficiente para agir como reforço ou se é apenas uma carga incorporada, ou seja, se há transferência de carga da matriz para a fibra (LUZ et al., 2019). A EQ. 4.3 e EQ. 4.4 correspondem aos ajustes lineares das fibras de junco-sete-ilhas presentes no gráfico tensão de *pullout* versus comprimento de embutimento.

$$\sigma_f = 1,22713 + 2,14111.L \quad (4.3)$$

$$\sigma_f = 25,38711 - 0,09932.L \quad (4.4)$$

A interseção das EQS. 4.3 e 4.4 definem o comprimento crítico ( $l_c$ ), sendo alcançado quando o valor é de 10,77 mm. A partir desse valor do  $l_c$  é possível obter o valor da resistência da ligação interfacial da fibra/matriz ( $\tau_c$ ). Além disso, foram usados o valor do diâmetro médio das fibras de 0,675 mm e o valor da tensão média de 32,35 MPa na EQ. 4.5, sendo referentes aos valores médios do grupo que contém fibras entre 0,61 e 0,74mm.

$$\tau_c = \frac{(0,675mm \times 32,35MPa)}{(10,77mm \times 2)} \quad (4.5)$$

$$\tau_c = 1,014 \text{ MPa}$$

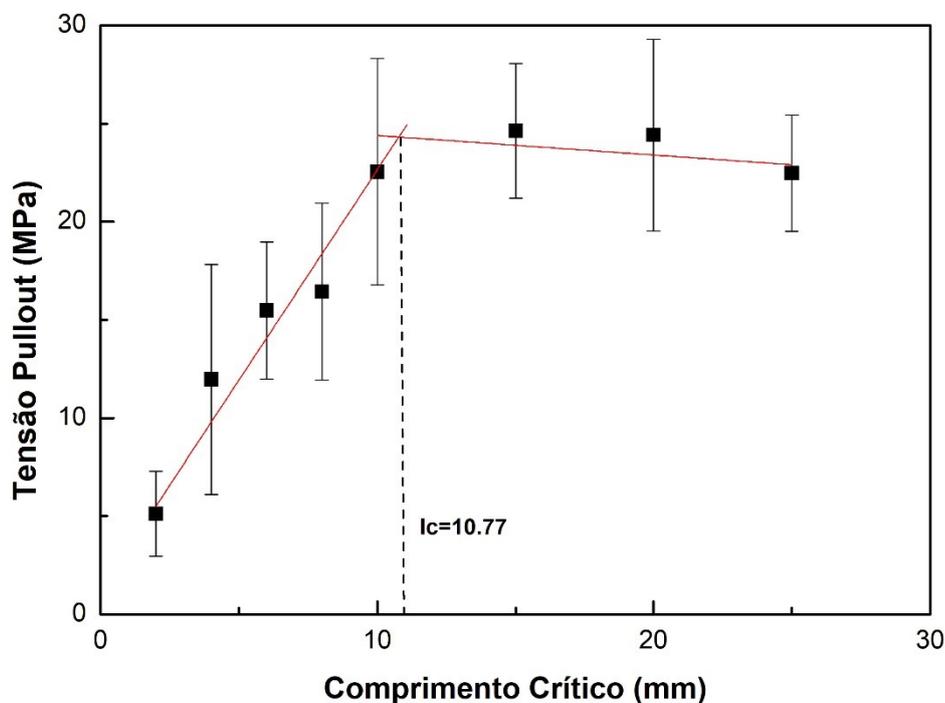


Figura 4.18 – Tensão de *Pullout* versus comprimento de embutimento.

Comparando com outros valores presentes na literatura (NIRMAL et al., 2011; OLIVEIRA et al., 2019) pode se assumir que a interface entre fibra de junco-sete-ilhas e a matriz epoxídica se apresenta consideravelmente razoável. Sendo que, outras interfaces como a de noz de bétule/epóxi apresenta um valor de 0,88, fique/epóxi assumindo um valor de 0,27, coco/epóxi com um resultado de 1,42 e PALF/epóxi com 4,93, são comparativamente mais fortes. Entretanto, sob condições de impacto, uma resistência da ligação interfacial baixa promove a separação entre a interface fibra/matriz pela propagação longitudinal de trincas, associado diretamente a uma maior energia ao impacto e maior resistência ao impacto (MARGEM et al., 2016). A TAB. 4.12 apresenta um comparativo da resistência da ligação interfacial entre diferentes FNLs com as fibras de junco-sete-ilhas quando embutidas em uma matriz epóxi.

Tabela 4.12 – Comparativo da Resistência da ligação interfacial com diferentes FNLs.

Fibra	Matriz	$\tau_c$ (MPa)	Referências
Junco-sete-ilhas	Epóxi	1,014	PT*
Noz de bétete	Epóxi	0,880	NIRMAL, 2011
Coco	Epóxi	0,270	OLIVEIRA, 2019
Fique	Epóxi	1,420	OLIVEIRA, 2019
PALF	Epóxi	4,930	OLIVEIRA, 2019

\*PT = Presente trabalho.

#### 4.1.9 ESPECTROMETRIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Através dos dados obtidos pela análise da fibra de junco-sete-ilhas foi possível gerar o espectro, representado pela FIG. 4.19, onde foram observados diversos picos referentes à banda de adsorção, podendo correlacionar com a lignina, hemicelulose e celulose que compõe a microestrutura de uma FNL.

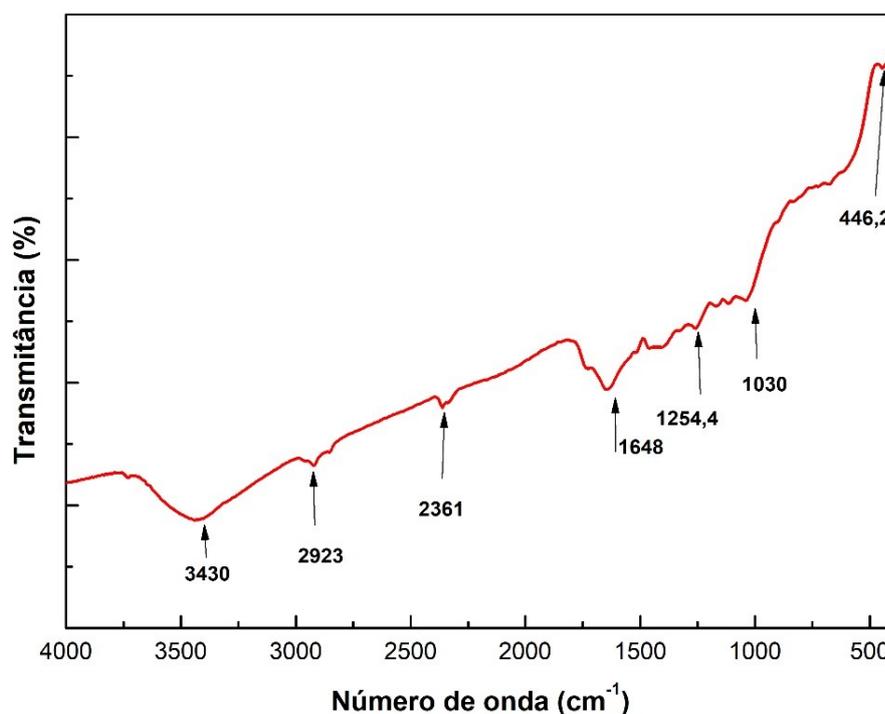


Figura 4.19 – Espectro de FTIR das fibras de junco-sete-ilhas.

Foi possível identificar que esse espectro se apresenta ser muito semelhante aos já

encontrados na literatura (DEMOSTHENES et al., 2020; REIS et al., 2020). A banda que confere uma adsorção em uma frequência aproximada de  $3450\text{ cm}^{-1}$  está associada à deformação axial pertencente ao grupamento O-H da celulose (YANG et al., 2007), sendo muito comum a todas as FNLs, podendo ser associado com água absorvida e álcoois encontrados na celulose, hemicelulose e lignina (FILHO et al., 2019).

As vibrações presentes em uma frequência aproximadamente em  $2923\text{ cm}^{-1}$  são relacionadas com a deformação axial do grupo C-H pertencentes a estrutura orgânica das FNLs. A banda em  $2361\text{ cm}^{-1}$  não é característica para ligações referentes à estrutura de FNLS encontrados na literatura, contudo outras fibras como a de malva, banana e guarumã apresentam picos em uma frequência relativamente próximas (REIS et al., 2020; MONTEIRO et al., 2014a; MONTEIRO et al., 2014b; MONTEIRO et al., 2014a). Para o pico referente a  $1648\text{ cm}^{-1}$  é associado à vibração típica de carbonila (C=O) relacionado a hemicelulose presente nas fibras (MONTEIRO et al., 2014b). O pico referente a  $1254,4\text{ cm}^{-1}$  representa as ligações C-O-C presentes na cadeia de celulose, em  $1030\text{ cm}^{-1}$  um novo pico associado a deformação de C-C é observado, além disso, em  $446,2\text{ cm}^{-1}$  outro pico é associado com a deformação C-C (YANG et al., 2007). Ainda é reportado por outros autores que as faixas entre  $900\text{-}400\text{ cm}^{-1}$  podem estar associadas com atividades específicas de grupos funcionais (MONTEIRO et al., 2014b). As principais bandas de adsorção identificadas pela análise de FTIR nas fibras de junco-sete-ilhas se encontram presentes na TAB. 4.13.

Tabela 4.13 – Principais bandas de adsorção na região do FTIR para as fibras de junco-sete-ilhas.

<b>Número de onda (<math>\text{cm}^{-1}</math>)</b>	<b>Banda original</b>
3450-3400	Ligação O-H
3050-2840	Ligação C-H (alifático + aromático)
1740-1710	Ligação C=O (acetona, éster ou grupos carboxílicos)
1675-1660	Ligação C=O em grupos aromáticos
1257	Deformação de C-O-C
1085-1030	Deformação de C-O
700-400	Deformação de C-C (aromático)

Adaptado de Yang et al. (2007), Monteiro et al. (2014a)

#### 4.1.10 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

A FIG. 4.20 mostra os resultados da análise termogravimétrica (TGA) juntamente com a derivada de primeira ordem (DTG) para uma taxa de aquecimento a  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  sobre atmosfera de nitrogênio.

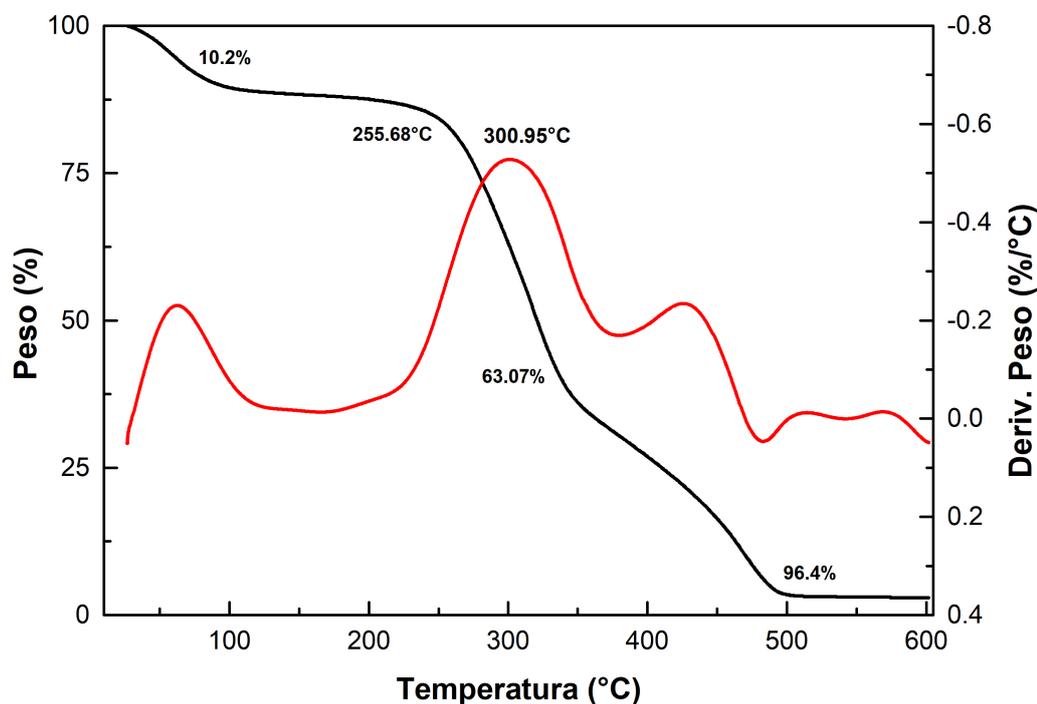


Figura 4.20 – Curva TGA/DTG para as fibras de junco-sete-ilhas.

Considerando a variação da perda de massa com a temperatura, uma diminuição de 10,2% entre as temperaturas de 26 a 100°C devido à liberação de água provocando uma desidratação das fibras. É observada boa estabilidade térmica até a temperatura de 241°C no qual a perda de massa foi de 13,23%. Uma queda abrupta no peso, de 241 até 351°C, apresentam a maior queda de 63,07% em massa. Depois uma perda de 96,04% ocorreu entre 351 a 496°C, seguindo inalterada até a temperatura de 600°C, possivelmente resultante das cinzas remanescentes.

Vale ressaltar que as temperaturas de 255,68°C ( $T_{onset}$ ) e a máxima taxa em 300,95°C estão, possivelmente, diretamente relacionadas com o início de degradação dos componentes estruturais da fibra de junco-sete-ilhas como a lignina e hemicelulose. Em quanto em torno de 349°C se inicia uma outra perda associada ao início de degradação da celulose, segundo Monteiro et al. (2012).

A análise termogravimétrica da fibra de junco-sete-ilhas demonstrou estabilidade térmica superior à fibra do mesmo gênero conhecida como *Cyperus pangorei*. Onde Mohanty et al. (2000) observaram uma estabilidade térmica até 221°C, adotando os mesmos parâmetros relacionados à atmosfera de nitrogênio com uma taxa de aquecimento de 10°C/mim. Além disso, o estágio de perda de massa final ocorreu a 324°C, estágio esse correspondente à degradação de alpha-celulose e lignina (RAMANAIAH; PRASAD; REDDY, 2011; ARTHANARIESWARAN; KUMARAVEL; SARAVANAKUMAR, 2015). A TAB. 4.14

demonstra o comparativo do comportamento térmico de fibras do mesmo gênero botânico *Cyperus*.

Tabela 4.14 – Comparativo entre fibras do gênero botânico *Cyperus*

<b>Fibras</b>	<i>Cyperus malaccensis</i>	<i>Cyperus pangorei</i>
Liberação de água (°C)	26-100	-
Final do primeiro estágio (°C)	241	221
Tonset (°C)	255,68	-
Máxima Taxa (°C)	300,95	-
Início do Terceiro estágio (°C)	351	324
Resíduo final (%)	3,60	-

#### 4.1.11 ANÁLISE DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

O gráfico da FIG. 4.21 exibe o fluxo de calor versus a temperatura para a análise de DSC da fibra de junco-sete-ilhas submetidas a uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

O pico endotérmico em 97,4°C está associado ao aquecimento e perda de umidade presente das fibras de junco-sete-ilhas (MARTIN et al., 2009). O aumento do fluxo de calor em torno da temperatura de 250°C possivelmente está relacionado com a presença de um pico exotérmico responsável por gerar maior perda de massa do junco-sete-ilhas iniciando na faixa de 255°C, conforme foi observado pela análise termogravimétrica.

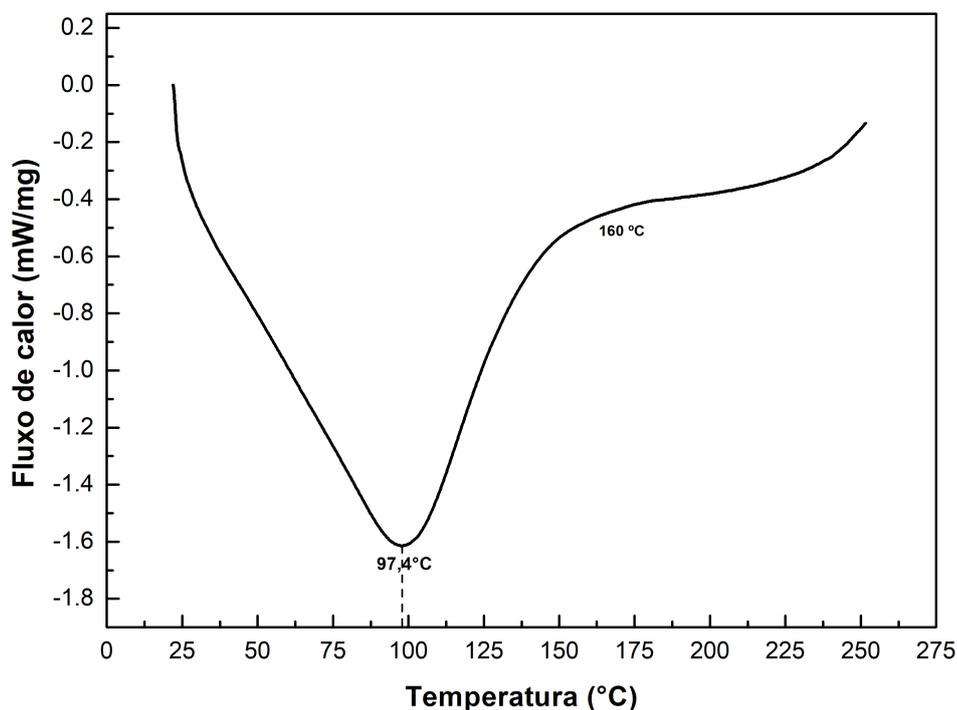


Figura 4.21 – Curva DSC da fibra de junco-sete-ilhas.

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS EPOXÍDICOS REFORÇADOS COM JUNCO-SETE-ILHAS

### 4.2.1 ENSAIO DE IMPACTO IZOD

Os resultados obtidos para o ensaio de impacto Izod dos compósitos epoxídicos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas orientadas preferencialmente na direção de carregamento, nas frações volumétricas de 0%, 10% 20% e 30% evidenciaram existir uma capacidade baixa de absorção de energia destes materiais comparativamente a diferentes compósitos reforçados com FNLs (THAKUR; THAKUR; GUPTA, 2014; COSTA et al., 2019). Os resultados dos grupos mencionados estão presentes na TAB. 4.15.

Tabela 4.15 – Resultados do ensaio de impacto Izod para os compósitos de matriz epoxídica reforçados com fibras de junco-sete-ilhas orientadas preferencialmente na direção de carregamento.

Energia absorvida (J/m)				
Corpo de prova	0%	10%	20%	30%
1	19,4742	9,7371	48,5437	68,4262
2	14,5349	33,5195	66,2879	80,6452
3	19,4552	17,4622	43,4783	58,8235
4	14,6628	11,4811	59,1398	78,7402
5	14,6771	20,4499	40,4858	67,6328
6	24,5821	46,4576	33,5195	59,1716
7	19,5695	39,2157	42,5532	38,7597
8	19,5503	17,4825	24,4200	78,9733
9	38,8727	22,4215	45,0958	59,3472
10	43,8169	22,9358	65,5738	39,5648
<b>Média</b>	<b>22,3765</b>	<b>23,2877</b>	<b>43,7543</b>	<b>63,0084</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>9,1920</b>	<b>10,4714</b>	<b>12,2626</b>	<b>14,3087</b>

Na FIG. 4.22 o gráfico relacionando a energia de impacto Izod com a fração de fibras e o desvio padrão é demonstrado. Foi possível notar que os valores de energia absorvida tendem a crescer à medida que as frações de reforço aumentam, como acontece em outros estudos. (MARIATTI et al., 2008; PEREIRA et al., 2017).

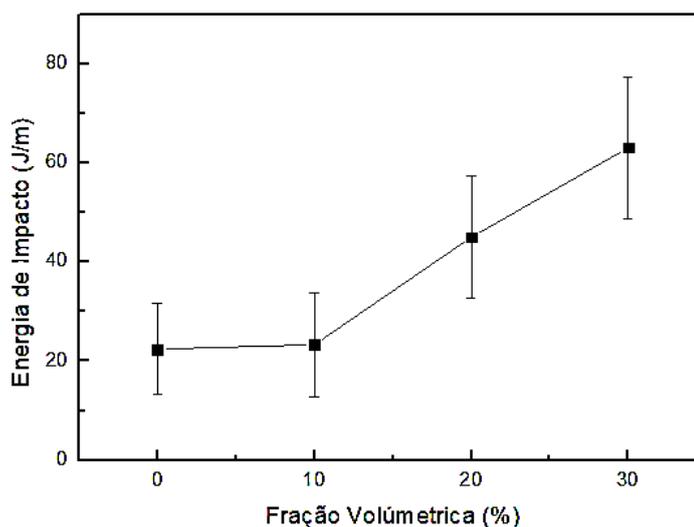


Figura 4.22 – Energia de impacto Izod versus fração volumétrica de junco-sete-ilhas.

Os corpos de prova ensaiados foram fraturados completamente justificando a validade dos resultados obtidos, conforme é mostrado na FIG. 4.23 pela análise visual é possível visualizar uma tendência à fratura frágil para os corpos de prova de 0 e 10%, justificado pelos baixos valores de energia de impacto.

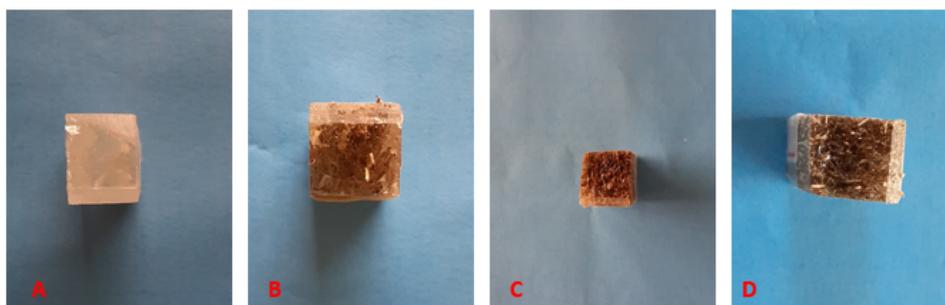


Figura 4.23 – Corpos fraturados após o ensaio de impacto Izod. (a) 0%v/v de fibras (b) 10%v/v de fibras (c) 20%v/v de fibras e (d) 30%v/v de fibras.

É possível compreender de uma forma mais clara os mecanismos de fratura envolvidos no processo pelas micrografias em microscopia eletrônica de varredura, conforme a FIG.4.24, FIG. 4.25 e FIG.4.26.

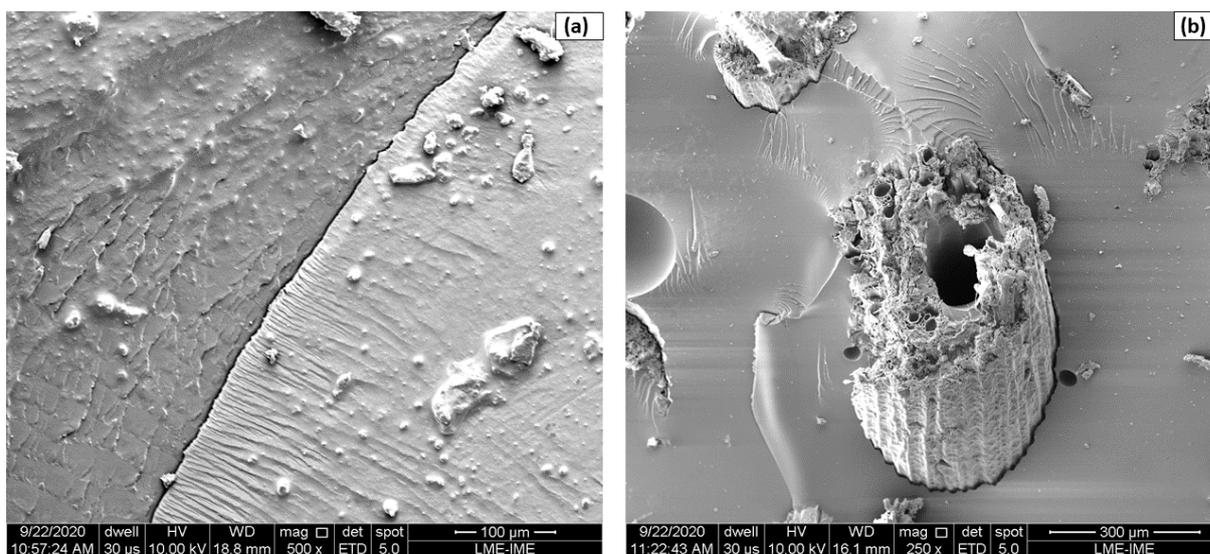


Figura 4.24 – (a) Resina epóxi pura com 500X de aumento; (b) Compósito epoxídico reforçado com 10% em volume de fibras de junco-sete-ilhas com 250X de aumento.

Na micrografia da FIG. 4.24 (a) e (b) é possível notar com clareza o mecanismo de fratura completamente frágil, demonstrado pela presença das “marcas de rio”, tanto na resina epóxi pura quanto no compósito reforçado com 10%. Além disso, existe uma presença de outros mecanismos como uma trinca presente na superfície da resina epóxi e uma má aderência da fibra com a resina causando uma delaminação conforme é observado na FIG. 4.24 (b).

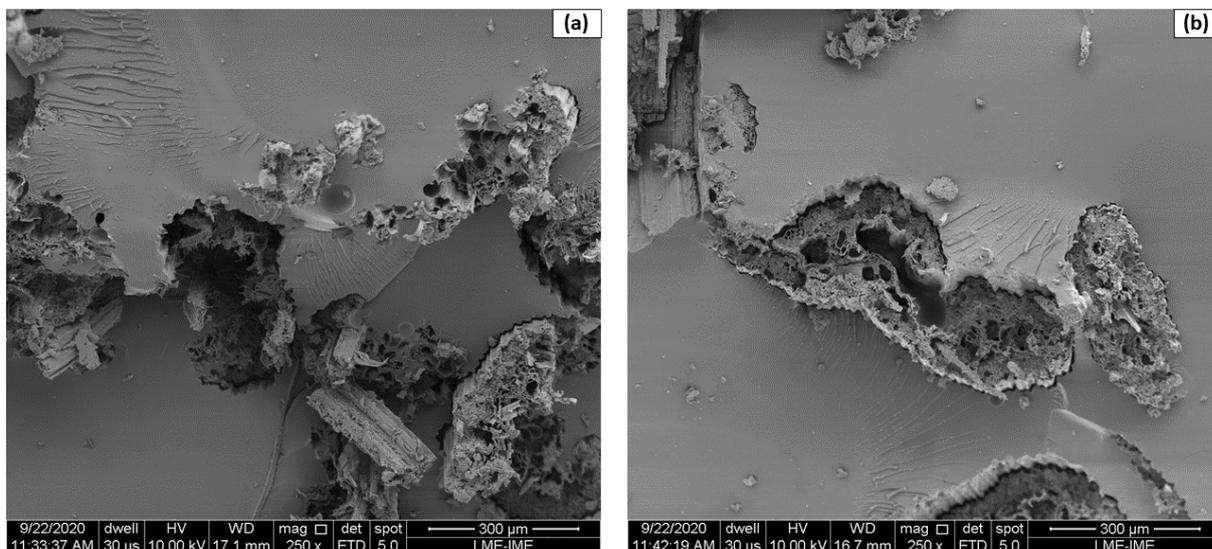


Figura 4.25 – (a) e (b) Compósito epoxídico reforçado com 20% em volume de fibras de junco-sete-ilhas com 250X de aumento.

Em relação aos compósitos reforçados com 20% é possível notar uma maior presença e atuação das fibras de junco-sete-ilhas no mecanismo de fratura, por sua vez, foram rompidas, arrancadas e descoladas da matriz. Além disso, ainda existe a presença de marcas de rio na superfície dos compósitos, evidenciando outro mecanismo de fratura.

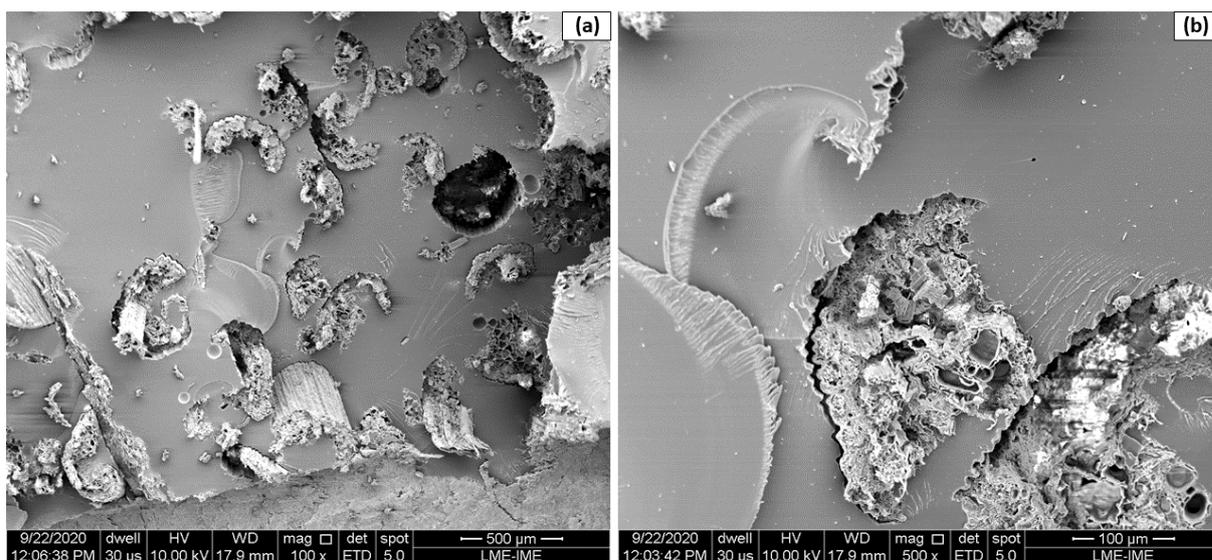


Figura 4.26 – (a) Compósito epoxídico reforçado com 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas com 100X de aumento; (b) Compósito epoxídico reforçado com 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas com 500X de aumento.

Na micrografia da FIG. 4.26 foi possível observar os mesmos mecanismos de fratura já mencionados como o arrancamento, deslocamento interfacial com a matriz e marcas de rio. Dessa forma, a presença de um maior percentual em fibras somados com as atuações dos mecanismos de falha proporcionaram a absorção de uma maior energia de impacto se comparado as outras condições de reforço. Esses resultados são consistentes com outras observações de outros autores que realizaram ensaios de impacto Izod em CFNLs (DAYO et al., 2018; SARIKAYA; ÇALLIOĞLU; DEMIREL, 2019; COSTA et al., 2020).

Foi realizada análise de variância (ANOVA) com o intuito de determinar se existe diferença significativa entre os resultados adquiridos para a energia de impacto Izod entre os compósitos de 0%, 10%, 20% e 30% em volume de fibras. A TAB. 4.16 demonstra os resultados obtidos.

Tabela 4.16 – Análise de variância da energia de impacto Izod para os compósitos epoxídicos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas.

Fonte da Variação	Soma de quadrados	GL	Quadrado Médio	F calculado	Valor P	F crítico
Entre grupos	11188,48	3	3729,492	<b>22,6844</b>	<b>2,02 <math>e^{-8}</math></b>	<b>2,8662</b>
Dentro dos grupos	5918,61	36	164,408			
<b>Total</b>	<b>17107,16</b>	<b>39</b>				

Diante dos resultados obtidos na análise de variância, foi adotado a hipótese de que as médias são iguais com nível de significância de 5%, pois pela estatística se tem F calculado (22,6844) maior do que F crítico (2,8662). Ainda, o valor de P simboliza um número muito menor do que 5% de significância. Dessa forma, é possível dizer que os efeitos do percentual das frações volumétricas das fibras nos compósitos possuem efeitos diferentes na energia de impacto Izod. Sendo assim, o Teste de Tukey foi utilizado para comparação de médias aplicando um nível de confiança de 95% para averiguar qual proporção do percentual de fibras de junco-sete-ilhas proporcionou resultados melhores em termos de energia de impacto Izod. A diferença média significativa (d.m.s) obtida foi de 16,32. Na TAB. 4.17 os resultados para as diferenças entre os valores médios da energia de impacto entre as frações volumétricas de fibras são demonstrados.

Tabela 4.17 – Resultados para as diferenças entre os valores médios da energia de impacto Izod após aplicação do teste de Tukey.

<b>Fração volumétrica de fibras de junco-sete-ilhas</b>	<b>0%</b>	<b>10%</b>	<b>20%</b>	<b>30%</b>
0%	0	1,20	<b>23,99</b>	<b>40,09</b>
10%	1,20	0	<b>22,79</b>	<b>38,89</b>
20%	<b>23,99</b>	<b>22,79</b>	0	16,10
30%	<b>40,09</b>	<b>38,89</b>	16,10	0

Baseado nos resultados com nível de significância de 5%, o compósito reforçado com 30% v/v de fibras de junco-sete-ilhas exibiu melhor desempenho, justificado por apresentar um valor médio de energia de impacto Izod (63,0084 J/m), obtendo uma diferença de significativa entre os valores de 0% e 10% devido às diferenças encontradas se mostrarem superiores ao d.m.s de 16,32. Esse comportamento também é observado em outros estudos na literatura (COSTA et al., 2019).

Com a finalidade de verificar se as propriedades dos corpos de prova fabricados não variaram significativamente de um para o outro, os valores da energia absorvida foram tratados estatisticamente pela análise de Weibull. Os parâmetros da distribuição  $\beta$ ,  $\theta$  e  $R^2$  estão presentes na TAB. 4.18 e a FIG 4.27 mostra o gráfico da distribuição de Weibull que ilustra tal análise.

Tabela 4.18 – Valores médios das energias de impacto Izod absorvidas e os parâmetros de Weibull.

<b>Fração volumétrica (%)</b>	<b>Média (J/m)</b>	<b>Desvio Padrão</b>	$\beta$	$\theta$	$R^2$
0	22,3765	9,2640	2,6340	25,5300	0,7442
10	23,2877	10,3200	2,4020	26,2600	0,9412
20	44,9988	13,1300	3,8330	49,8000	0,9486
30	63,0084	17,5900	4,0330	69,6600	0,9153

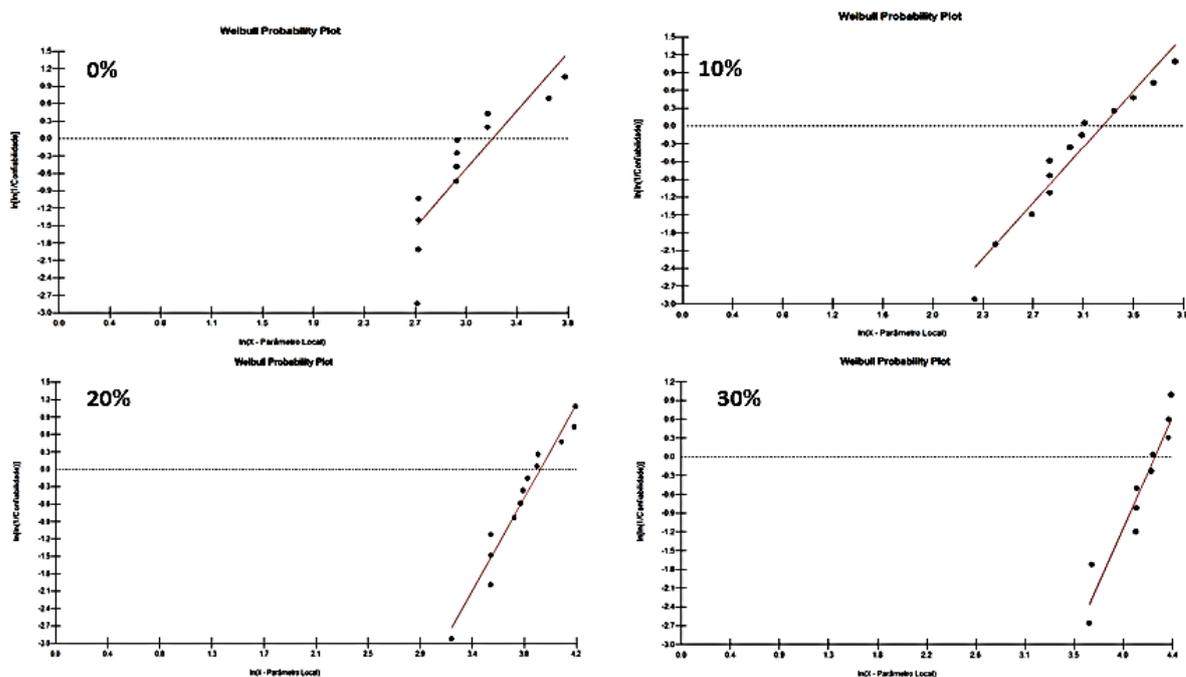


Figura 4.27 – Gráficos relacionando os parâmetros de Weibull para os corpos de prova de 0,10, 20 e 30%v/v.

Os valores relacionados aos percentuais de 10, 20 e 30% v/v demonstraram valores de  $R^2$  acima de 0,9 indicando uma boa qualidade do ajuste linear e certificando que os dados estão distribuídos de acordo com a função de Weibull de parâmetros  $\beta$  e  $\theta$ . Dessa forma os valores são satisfatórios, apesar de o valor de  $R^2$  de 0% ser inferior ao valor necessário para um bom ajuste linear caracterizando uma certa heterogeneidade entre as propriedades dos corpos de prova.

Outras fibras do gênero *Cyperus* foram investigadas como possíveis fase reforço em um compósito de matriz polimérica. A fibra *Cyperus esculentus* estudada por Babu et al. (2020) reforçando compósitos em uma matriz de polipropileno e investigada a sua resistência ao impacto. Além disso, a fibra *Cyperus pangorei* utilizada como reforço em uma matriz Poliéster foi analisada por Mayandi et al. (2016) em relação as suas propriedades de resistência ao impacto. Os dois trabalhos seguiram as recomendações da norma ASTM D256 e estão presentes na TAB 4.19, os compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas mostraram melhor resistência ao impacto quando comparadas às outras fibras do mesmo gênero.

Tabela 4.19 – Comparação da resistência ao impacto de diferentes fibras naturais pertencentes ao gênero *Cyperus*.

Matriz	Espécie das fibras	Vf (%)	Resistência ao impacto (J/m)	Referências
Epóxi	<i>Cyperus malaccensis</i>	10	23,3 ± 10,5	PT*
		20	45 ± 12,3	
		30	63 ± 14,3	
Polipropileno	<i>Cyperus esculentus</i>	10	10	BABU et al., 2020
		20	18	
		30	25	
Poliéster	<i>Cyperus pangorei</i>	10	4,2-7,8	MAYANDI et al., 2016
		20	4,2- 7,2	
		30	5,2-10,8	

\*PT = Presente trabalho.

#### 4.2.2 ENSAIO DE TRAÇÃO

Os resultados obtidos pelos ensaios de tração nos corpos de prova dos materiais compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas nos percentuais de 10, 20 e 30% v/v. Além disso, valores para a resina epóxi pura encontrados na literatura (MACIEL et al., 2018) estão presentes na TAB. 4.20 na FIG. 4.28. O crescimento da resistência mecânica equivalente ao percentual de fibras presentes é demonstrado, da mesma forma, outros autores que trabalharam com CFNLs verificaram o mesmo comportamento de acréscimo na resistência mecânica com o aumento percentual de fibras (MONTEIRO et al., 2009; GLÓRIA et al., 2017). Entretanto, os valores da resistência à tração para todos os compósitos são menores do que os valores da resina epóxi pura. O que indica que a fibra não atua como reforço quando as cargas de tração foram aplicadas no material. Nesse caso, as fibras provavelmente atuaram como defeitos na estrutura do material, prejudicando dessa forma as propriedades da interface fibra-matriz.

Tabela 4.20 – Resultados para o ensaio de tração de compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas.

Fração volumétrica (%)	Resistência à tração (MPa)	Referências
0	34,3000 ± 4,2	MACIEL et al., 2018
10	7,0079 ± 3,1	PT*
20	12,4072 ± 5,5	PT
30	15,1705 ± 3,6	PT

PT\*= Presente trabalho.

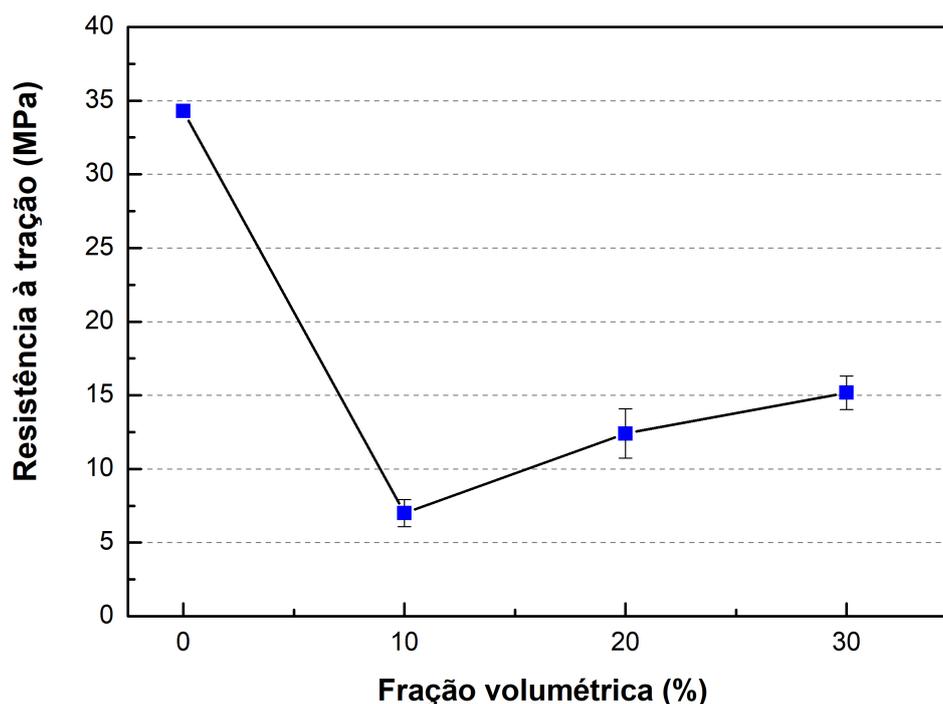


Figura 4.28 – Variação da resistência mecânica com o aumento de percentual das fibras de junco-sete-ilhas aplicadas como reforço em compósitos epoxídicos.

Fica evidente na FIG.4.28 que embora exista uma tendência de aumento de resistência à tração com o aumento da fração volumétrica, como já mencionado, os valores foram significativamente baixos quando comparados a resina epóxi pura. Uma aparente contradição é o fato de que fibras de junco melhoraram as propriedades de impacto do material. No entanto, como já observado anteriormente na literatura (BRAGA

et al., 2017), a baixa resistência na interface resulta em uma maior superfície de fratura. Conseqüentemente, pode vir a conferir melhores resistências de impacto do material, embora a resistência à tração seja inferior.

Os mecanismos de fratura relacionados no processo podem ser observados de forma mais clara por meio das micrografias em MEV presentes na FIG. 4.29, FIG.4.30, FIG.4.31 e FIG.4.32.

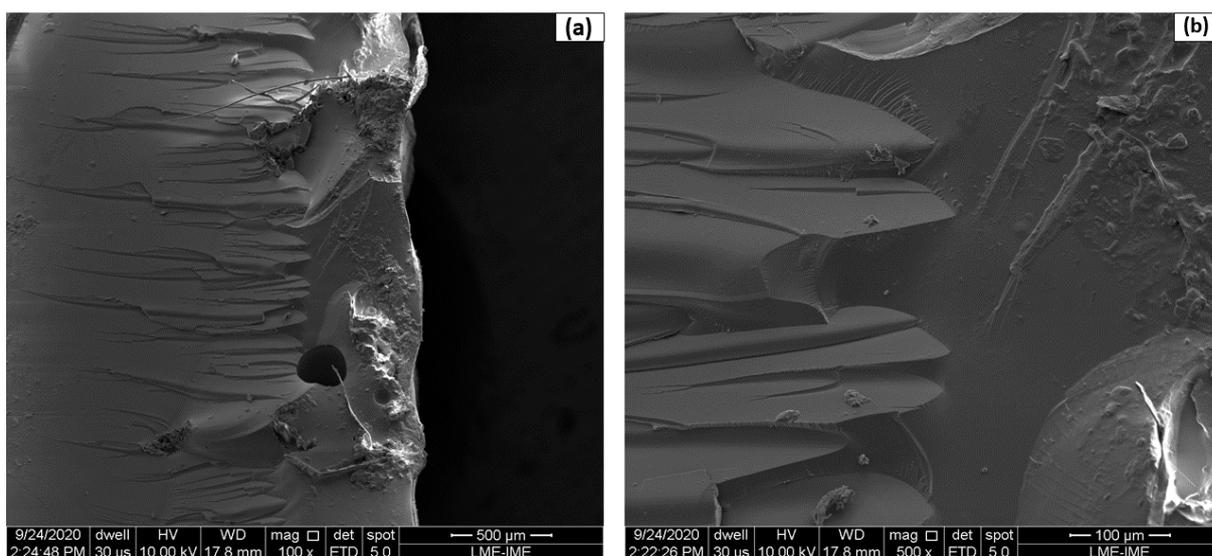


Figura 4.29 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos corpos de prova da condição de 10% em volume de fibras. Onde (a) representa um aumento de 100X; (b) aumento de 500X.

O mecanismo de fratura predominantemente frágil fica evidente na FIG.4.29 , pois o reforço das fibras ainda não é efetivo, tornando o mecanismo de fratura frágil predominante no compósito. A FIG. 4.30 demonstra a presença de padrões de marcas de rio na superfície do corpo de prova de 10% em volume de reforço de fibras.

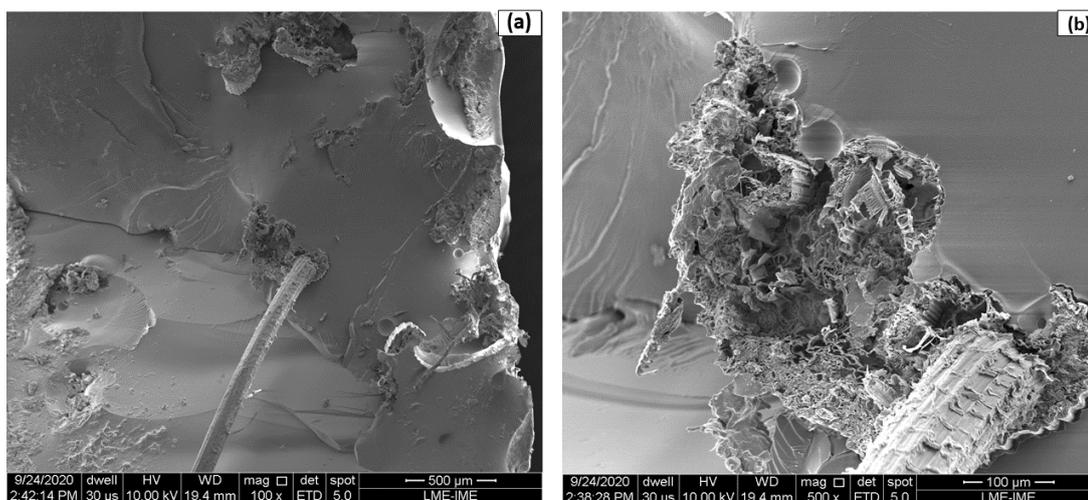


Figura 4.30 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos corpos de prova da condição de 10% em volume de fibras, evidenciando predominância de fratura frágil. Onde (a) representa um aumento de 100X; (b) aumento de 500X.

Em relação aos compósitos reforçados com 20% representados na FIG. 4.31, é possível observar uma maior atuação das fibras no mecanismo de fratura, ficando evidenciado pelo rompimento de fibras e o efeito *pullout*. A presença de outros mecanismos é evidente pelo aumento na resistência mecânica, embora ainda existam mecanismos de fratura frágil como marcas de rio.

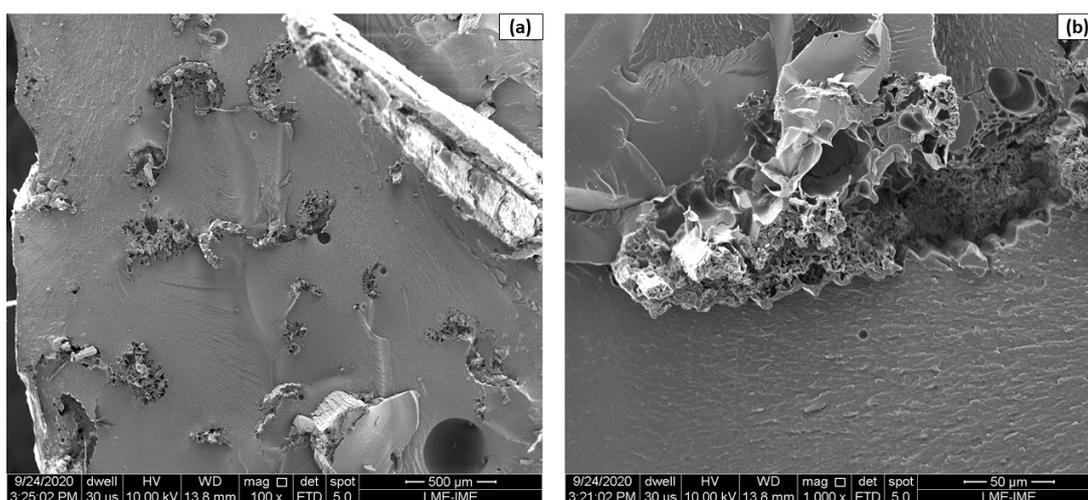


Figura 4.31 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos corpos de prova da condição de 20% em volume de fibras. Onde (a) representa um aumento de 100X; (b) aumento de 1000X.

Nas micrografias da FIG. 4.32, é possível observar mecanismos de ruptura de fibras e descolamento interfacial com a matriz epóxi em uma maior intensidade devido a um maior percentual de fibras presentes na matriz. O aumento na resistência mecânica, quando comparado às amostras dos grupos das condições de 10 e 20% de reforço, ocorreu devido a atuação em conjunto dos mecanismos de falha da fibra, fibra/matriz e a matriz de forma isolada. Embora os compósitos de 30% tenham apresentado uma maior tendência de outros mecanismos de falhas ainda é possível observar marcas de rio, possivelmente indicando uma transição dúctil frágil.

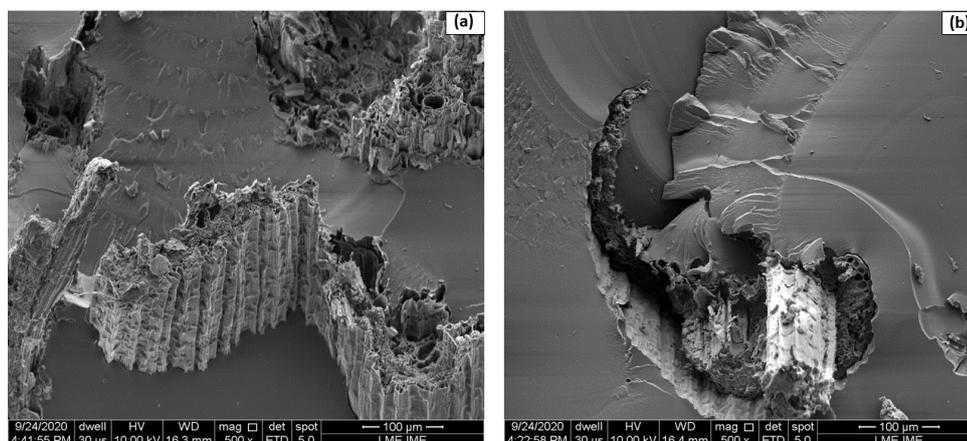


Figura 4.32 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície dos corpos de prova da condição de 30% em volume de fibras. Onde (a) representa um aumento de 500X; (b) aumento de 500X.

Os valores demonstrados na TAB. 4.20 e FIG. 4.28 exibem valores médios da tensão máxima da resistência mecânica. Além disso, foi realizado uma análise de variância (ANOVA) para averiguar se existe uma diferença significativa entre os resultados obtidos para a resistência mecânica entre os compósitos reforçados com 10%, 20% e 30%v/v de fibras orientadas preferencialmente na direção de carregamento. A TAB 4.21 exhibe os resultados obtidos.

Tabela 4.21 – Análise de variância da resistência mecânica para os compósitos epoxídicos reforçados com 10%, 20%, 30% com fibras orientadas preferencialmente na direção de carregamento.

Fonte da variação	GL	Soma de quadrados	Quadrado médio	F calculado	Valor “P”	F crítico
Tratamentos	2	379,1831	189,5916	<b>9,375427</b>	<b>0,000687</b>	<b>3,31583</b>
Resíduos	30	606,6653	20,2222			
Total	32	985,8484				

Os resultados obtidos da análise de variância da TAB 4.21 rejeitam a hipótese de igualdade entre as médias com nível de significância de 5%, pois pela estatística (F), o valor de F calculado (9,375427) é superior ao F crítico (3,31583). O valor “P” representa um valor muito menor do que 0,05 de nível de significância. Dessa forma, a fração volumétrica de fibras de junco-sete-ilhas apresentaram efeitos diferentes na resistência mecânica. Sendo assim, o Teste de Tukey foi aplicado para comparação de médias utilizando um nível de confiança de 95% para verificar qual fração volumétrica de fibras de junco-sete-ilhas conferiu melhores resultados de resistência mecânica. A diferença média significativa (d.m.s) encontrada foi de 5,46. Os resultados adquiridos no teste de Tukey para as diferenças entre os valores médios da resistência mecânica entre as frações volumétricas de fibras de junco-sete-ilhas, encontram-se na TAB. 4.22.

Tabela 4.22 – Resultados adquiridos do teste de Tukey para as diferenças entre os valores médios de resistência mecânica das frações volumétricas de fibras de junco-sete-ilhas.

<b>Fração volumétrica de fibras de junco-sete-ilhas</b>	<b>10%</b>	<b>20%</b>	<b>30%</b>
10%	0	5,40	<b>8,16</b>
20%	5,40	0	2,76
30%	<b>8,16</b>	2,76	0

Os resultados, apresentando um nível de significância de 5%, demonstraram um melhor desempenho para o compósito reforçado com 30% v/v de fibras devido ao fato de exibir o maior valor de resistência mecânica. Entretanto esse compósito só é significativamente diferente do compósito reforçado com 10% v/v de fibras, pelo fato da diferença encontrada ser superior ao d.m.s (5,46). A fim de verificar se as propriedades dos corpos de prova fabricados são confiáveis, os valores da resistência foram tratados estatisticamente pela análise de Weibull. Os parâmetros da distribuição  $\beta$ ,  $\theta$  e  $R^2$  estão presentes na TAB. 4.23 e a FIG. 4.33 mostram o gráfico da distribuição de Weibull que ilustra tal análise.

Tabela 4.23 – Resistência máxima à tração média e aos parâmetros de Weibull.

<b>Fração volumétrica (%)</b>	<b>Média (MPa)</b>	<b>Desvio Padrão</b>	$\beta$	$\theta$	$R^2$
10	7,0079	3.3090	2,2740	8,0200	0,9265
20	12,4072	7,8740	1,6850	14,4500	0,9460
30	15,1705	2,9580	5,9430	16,3200	0,9815

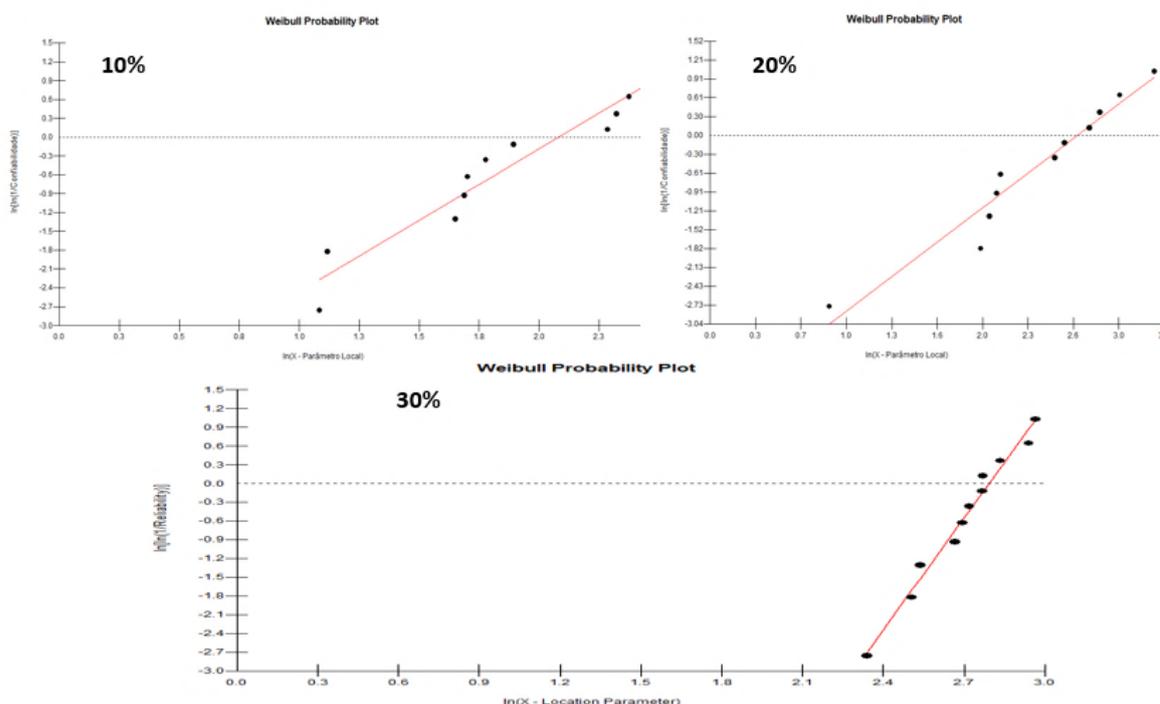


Figura 4.33 – Gráfico dos parâmetros de Weibull para os corpos de prova de 10%, 20% e 30% em fração volumétrica.

Os valores relacionados aos percentuais de 10, 20 e 30% v/v demonstraram valores do parâmetro  $R^2$  acima de 0,9 indicando uma boa qualidade do ajuste linear e certificando que os dados estão distribuídos de acordo com a função de Weibull com os parâmetros  $\beta$  e  $\theta$ . Dessa forma os valores são satisfatórios, caracterizando uma certa homogeneidade entre as propriedades dos corpos de prova. Além disso, através dos dados obtidos pelo ensaio de tração, foi possível calcular o módulo de elasticidade máximo dos compósitos e sua deformação máxima percentual, através de uma média calculada para o percentual de fibras orientadas preferencialmente na direção de carregamento, reforçando a matriz de epóxi, presentes na TAB. 4.24 e FIG. 4.34.

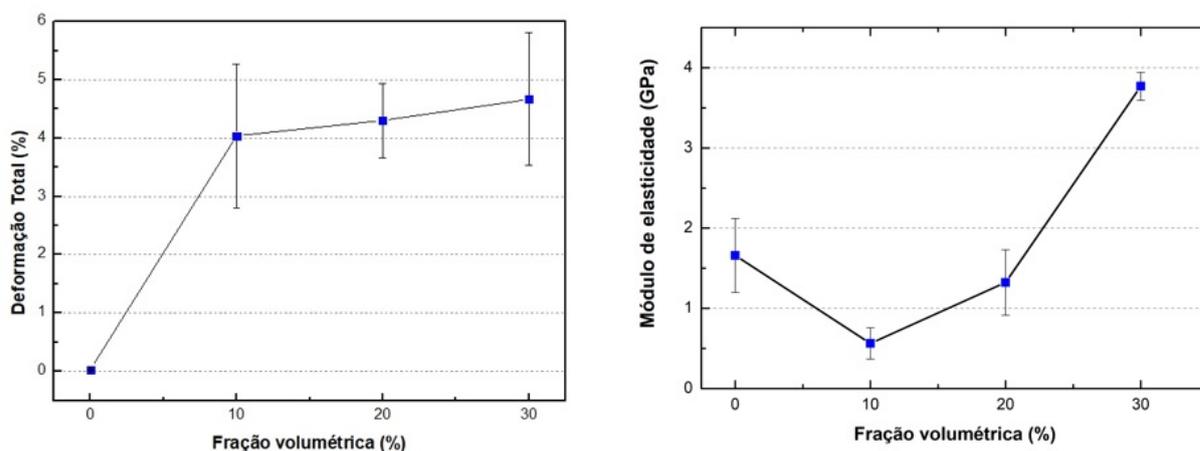


Figura 4.34 – Variação do (a) total de deformação e (b) módulo de elasticidade.

Tabela 4.24 – Resultados para o módulo de elasticidade e deformação do compósito epoxídico reforçado com fibras de junco-sete-ilhas orientadas preferencialmente na direção de carregamento.

Fração volumétrica (%)	Deformação máxima média (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Referências
0	3,000 ± 1,0	1,66 ± 0,46	MAYANDI et al., 2016
10	4,0402 ± 1,23	0,5630 ± 0,19	PT*
20	4,3021 ± 0,63	1,3226 ± 0,40	PT
30	4,6657 ± 1,13	3,7683 ± 0,05	PT

PT\*= Presente trabalho.

Com base na TAB. 4.24 e na FIG. 4.34 é possível observar um aumento no módulo de elasticidade dos compósitos reforçados com fibras à medida que o percentual de fibras presentes como fase reforço cresce, portanto, a deformação total dos compósitos aumenta. Comparando aos dados obtidos na literatura para uma resina epóxi (MARTINS et al., 2014), apenas a compósito de 30% v/v exibiu um maior valor de módulo de elasticidade, provavelmente devido a dificuldades na transferência de carga na interface fibra/matriz. Por outro lado, o total de deformação não demonstrou uma variação significativa na variação entre os diferentes materiais, dentro do desvio padrão. Ademais, estudos realizados por pesquisadores investigando as propriedades mecânicas de duas fibras naturais do gênero *Cyperus*. A fibra *Cyperus esculentus* estudada por Babu et al. (2020) reforçando compósitos com uma matriz de polipropileno e seguindo as recomendações da norma ASTM D638M exibiram os valores para a resistência à tração e ao módulo de elasticidade presentes na FIG. 4.25. Além disso, seguindo a recomendação da norma ASTM D3039, a fibra *Cyperus pangorei* utilizada como reforço em uma matriz Poliéster analisada por Mayandi et al. (2016) estão presentes na TAB. 4.25. As duas fibras apresentaram melhor desempenho em relação a resistência à tração dos compósitos em todas as frações volumétricas de 10, 20 e 30% v/v quando comparados aos compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas.

Tabela 4.25 – Resultados de resistência à tração e módulo de elasticidade para compósitos reforçados com diferentes espécies do gênero botânico *Cyperus*.

Matriz	Espécie das fibras	$V_f$ (%)	$\sigma$ (MPa)	E (GPa)	Referências
Epóxi	<i>Cyperus malaccenis</i>	10	$7 \pm 3,1$	$0,6 \pm 0,19$	PT*
		20	$12 \pm 5,5$	$1,3 \pm 0,40$	
		30	$15 \pm 3,6$	$3,8 \pm 0,05$	
Polipropileno	<i>Cyperus Esculentus</i>	10	35	1,2	BABU et al., 2020
		20	40	1,6	
		30	50	1,9	
Poliéster	<i>Cyperus pangorei</i>	10	20-25	2-2,3	MAYANDI et al., 2016
		20	20-30	2,3-2,6	
		30	30-40	2,6- 2,7	

Fonte – PT\* = Presente trabalho.

### 4.2.3 ANÁLISES TERMOGRAVIMÉTRICAS (TGA)

Curvas de TGA/DTG para a resina epóxi e os compósitos nas frações volumétricas de 10%, 20% e 30% v/v de fibras orientadas preferencialmente na direção de carregamento foram adquiridas. A FIG. 4.35 exibe a curva obtida para a resina epóxi.

Nota-se que a perda de massa é extremamente baixa, cerca de 1,64% até aproximadamente 230°C, sendo diretamente relacionada com a baixa umidade presente nas resinas poliméricas sintéticas, como a resina epóxi DGEBA-TETA, e pelo fato de serem hidrofóbicas. A grande perda de massa acontece na  $T_{onset}$  (344, 74°C) e a máxima taxa representada na curva DTG em 388,5°C ambas diretamente relacionadas com a degradação e ruptura das cadeias poliméricas, chegando a uma perda de 70,59% de massa. Uma terceira etapa ocorrendo na temperatura de 455 até 600°C, confere um teor de cinzas final correspondendo a cerca de 19,6%.

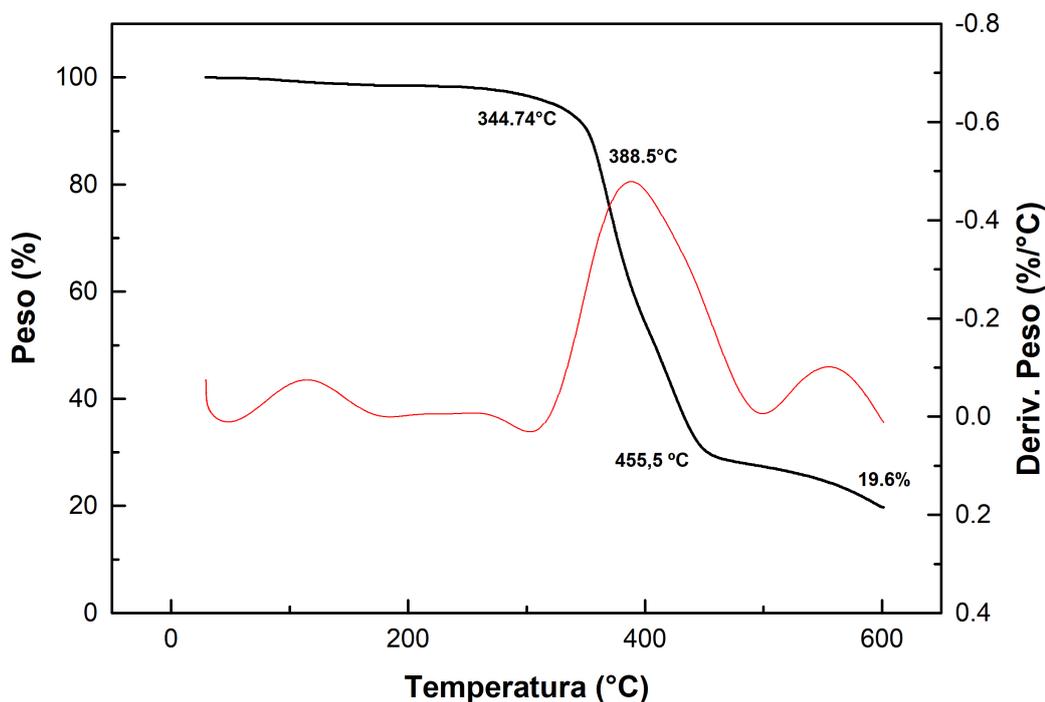


Figura 4.35 – Curva TGA para a resina epóxi DGEBA-TETA.

Os parâmetros termogravimétricos adquiridos para as curvas de TGA/DTG do epóxi e dos compósitos de 10%, 20% e 30%v/v de fibras de junco-sete-ilhas estão presentes na TAB. 4.26 e os comparativos das curvas TGA e DTG dos compósitos e resina epóxi estão presentes na FIG. 4.36 e FIG. 4.37. Os resultados apresentados pela TAB. 4.26, a FIG. 4.36 e FIG. 4.37 apresentam pequenos picos iniciais entre as temperaturas de 80 a 100°C, considerando perdas variando de 3 a 4,2% em massa estão associadas à liberação de umidade presente na superfície de todas as fibras lignocelulósicas. Podendo ser considerado como um primeiro limite da estabilidade térmica de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais de junco-sete-ilhas. Outra diferença está relativa à temperatura correspondente a máxima taxa de degradação, onde os compósitos apresentam uma temperatura variando na faixa de 334,2 a 362,1°C ligeiramente inferior a 388,5°C referente a matriz epóxi pura.

Tabela 4.26 – Parâmetros termogravimétricos do epóxi e dos compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas até 30% em volume.

<b>Fração volumétrica</b>	0%	10%	20%	30%
<b>Liberção de água (°C)</b>	-	80,20	97	90,4
<b>Final do primeiro estágio (°C)</b>	227	228	224,20	219,60
<b>T<sub>onset</sub> (°C)</b>	344,70	292	287,08	300,50
<b>Máxima Taxa (°C)</b>	388,50	341,60	362,10	334,20
<b>Início do Terceiro estágio (°C)</b>	455,50	420	420,30	421,90
<b>Resíduo final (%)</b>	19,60	27,38	27,64	26,80

Outro fator muito relevante é a queda da  $T_{onset}$  nos compósitos variando de uma faixa de 292 a 300,5°C em contrapartida com o valor de 344,7°C para a matriz epóxi. Esse comportamento é semelhante ao reportado por alguns autores na literatura (MOHANTY; VERMA; NAYAK, 2006; MONTEIRO et al., 2012). A redução da temperatura de início da degradação, ocorre devido ao processo de decomposição térmica das fibras de junco-sete-ilhas o limite aceito de estabilidade para os compósitos, bem como qualquer outra fibra lignocelulósica.

A lignina é o primeiro componente estrutural das fibras naturais lignocelulósicas a começar o seu processo de degradação em temperaturas mais baixas a partir de 220°C e continua acima de 440°C (MONTEIRO et al., 2012). Dessa forma, a degradação da lignina é responsável diretamente pelo limite de estabilidade térmica de um compósito reforçado com fibras naturais lignocelulósicas. Dessa forma, o limite de estabilidade dos compósitos é representado pela temperatura de início de decaimento da segunda fase. A razão para a diminuição das temperaturas em que ocorre máxima taxa de degradação está diretamente relacionada com a presença das fibras de junco-sete-ilhas. Na última etapa é apresentado um aumento do percentual de resíduo final variando de 26,8 a 27,38% enquanto na matriz epóxi esse percentual é de 19,6%, isso pode ser atribuído com a menor perda de massa na segunda fase da curva TGA.

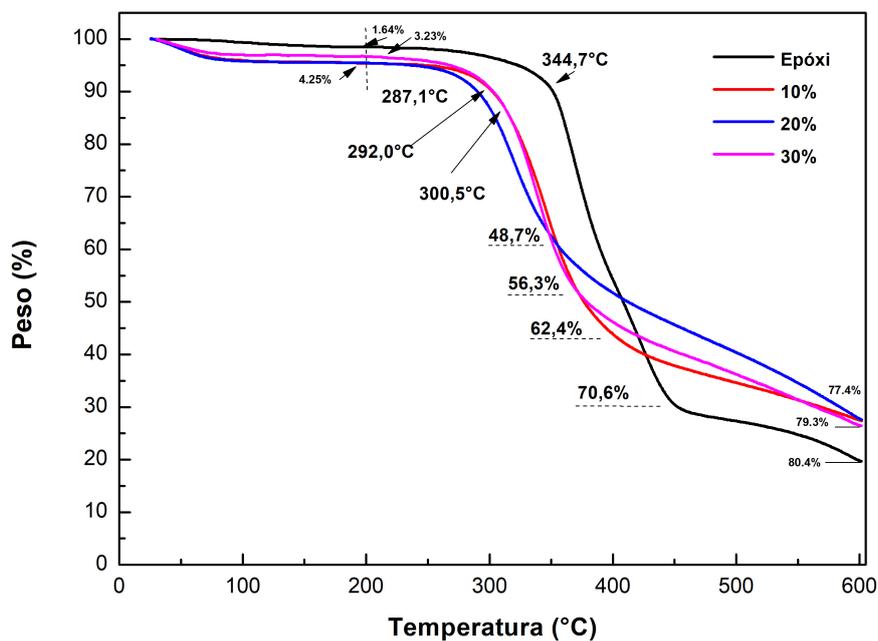


Figura 4.36 – Comparativo das curvas TG da resina epóxi e matriz epoxídica reforçada com 10,2 0e 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas.

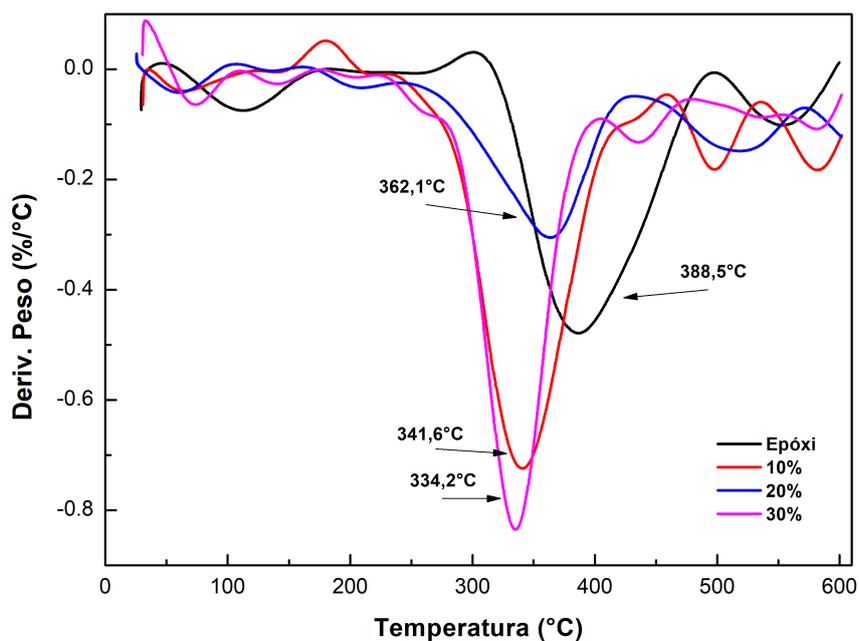


Figura 4.37 – Comparativo das curvas DTG da resina epóxi e matriz epoxídica reforçada com 10,2 0e 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas.

#### 4.2.4 ANÁLISE DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

A FIG. 4.38, demonstra o comportamento da resina epóxi DGEBA/TETA e os compósitos epoxídicos reforçados com 10, 20 e 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas que foram submetidos ao ensaio de DSC.

A curva para a resina epóxi apresenta um pico de caráter endotérmico em 81,1°C sendo associado a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ). Em relação às curvas que representam os compósitos, podem ser observados picos endotérmicos variando entre 66,8 e 81,1°C. Possivelmente associados com a temperatura de  $T_g$  e picos exotérmicos são observados entre as temperaturas de 119 a 122,9 °C podem ser relacionados a um processo de pós cura do material, como é evidenciado na curva DSC isolada para o compósito com 30% em volume na FIG. 4.39. (CANEVAROLO et al., 2004; LUCAS; SOARES; MONTEIRO, 2001).

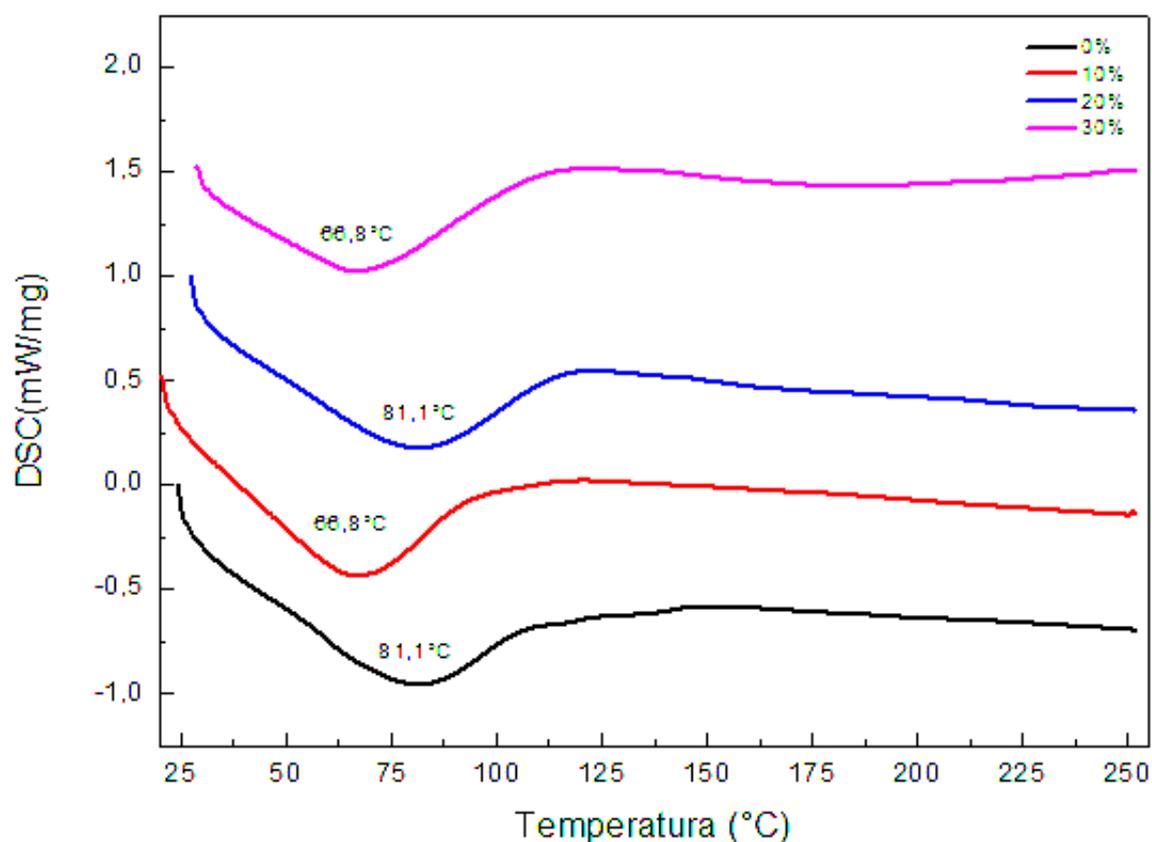


Figura 4.38 – Curva DSC para resina epóxi DGEBA/TETA e os compósitos epoxídicos reforçados com 10, 20 e 30% v/v de fibras de junco-sete-ilhas.

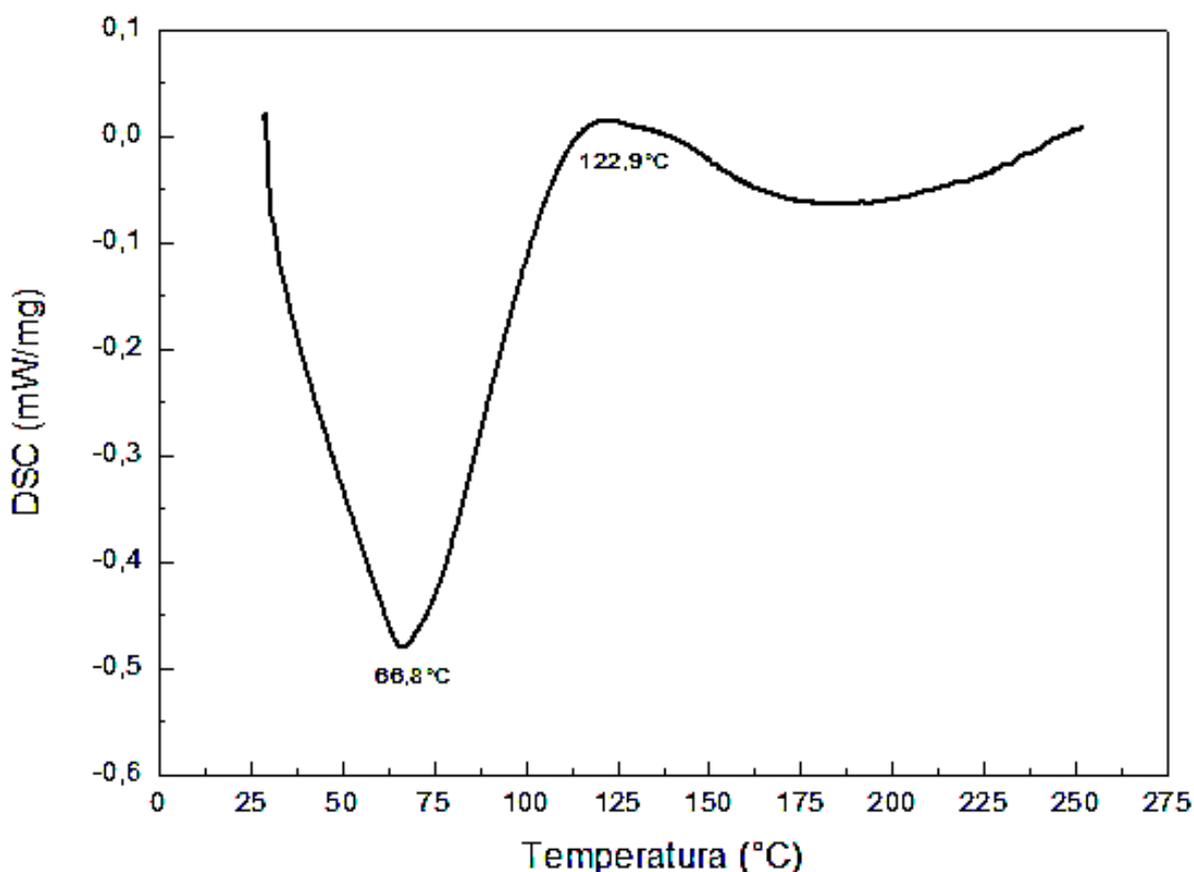


Figura 4.39 – Curva DSC para o compósito epoxídico reforçado com 30% em volume de fibras de junco-sete-ilhas.

#### 4.2.5 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

A FIG. 4.40 exibe a comparação dos espectros de FTIR da resina epóxi pura, a fibra de junco-sete-ilhas e os compósitos nas condições de 10, 20 e 30% em volume. Os comprimentos de onda observados foram comparados com a literatura de acordo com a TAB. 4.27 (OLIVEIRA FILHO, 2020). A maioria dos comprimentos de onda para as fibras de junco-sete-ilhas são similares ao da fibra de raffia consistindo nos grupos de ester, aromáticos, alcenos, cetona e álcool com diferentes grupos funcionais de oxigênio, como o O-H ( $3430\text{ cm}^{-1}$ ), C-O ( $1030\text{ cm}^{-1}$ ), C-O-C ( $1254,4\text{ cm}^{-1}$ ), C=C ( $1648\text{ cm}^{-1}$ ) e C-H<sub>n</sub> ( $2923\text{ cm}^{-1}$ ). Sendo que a banda relacionada ao comprimento variando de  $3600\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$  está ligado ao estiramento do grupo hidroxílico (O-H) da ligação de hidrogênio na celulose e hemicelulose (SANTOS et al., 2018). A vibração do grupo metila, por sua vez é uma estrutura molecular típica de fibras naturais, aparece em  $2918\text{ a }2850\text{ cm}^{-1}$  devido ao alongamento da ligação alifática C-H que são vibrações características presentes na lignina (SANTOS et al., 2018; YANG et al., 2007). A banda em  $1648\text{ cm}^{-1}$  é atribuída a carbonila

(C=O) e ao estiramento C-O-C ( $1244\text{ cm}^{-1}$ ) e são associados com a vibração dos anéis glicêmicos da celulose (ZHANG et al., 2015).

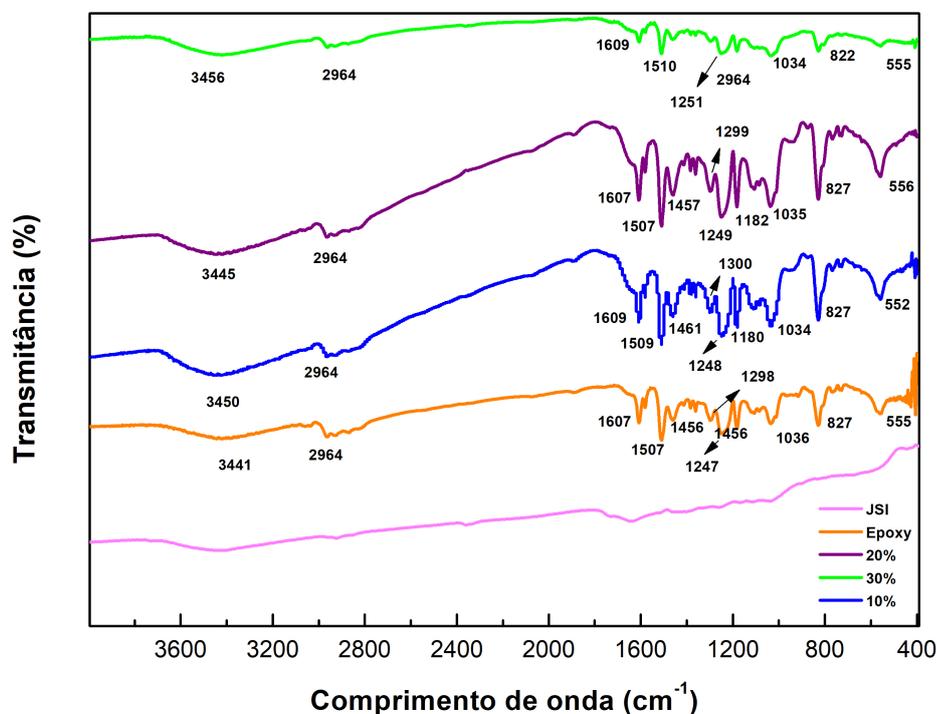


Figura 4.40 – Comparativo dos espectros de FTIR dos compósitos nas condições de 10 a 30% em volume com as fibras de junco-sete-ilhas e a resina epóxi pura.

Em relação aos compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas, o estiramento O-H foi notado em 3445, 3450 e  $3456\text{ cm}^{-1}$ . Estiramentos C-H foram observados em  $2964\text{ cm}^{-1}$  para todos os compósitos, enquanto estiramentos C=O ocorreram em 1607- $1609\text{ cm}^{-1}$ . Os anéis aromáticos apareceram em 1507- $1510\text{ cm}^{-1}$ , o que indicou que não ocorreu nenhuma interação química entre as fibras de junco-sete-ilhas e o anel aromático. De acordo com Cecen et al. (2008), a vibração em 1456- $1461\text{ cm}^{-1}$  é associada com o dobramento assimétrico do grupo metil. Ademais, a banda em 1247- $1251\text{ cm}^{-1}$  pode ser atribuída a vibração de torção  $\text{CH}_2$  e o estiramento ocorre em 1034- $1036\text{ cm}^{-1}$ . Por último, nenhuma mudança expressiva foi observada nos espectros de FTIR dos compósitos.

Tabela 4.27 – Principais bandas de adsorção na região do FTIR para as fibras de raffia e compósitos de poliéster reforçados com essa fibra.

Fibra	Comprimento de onda (cm <sup>-1</sup> )	Banda original
Fibra de Raffia	3600 - 3000	estiramento OH
	2950 - 2840	estiramento C-H <sub>n</sub>
	1732	estiramento C=O
	1510 - 1560	dobramento C=O
	1650 - 1630	C=C (estiramento do anel de benzeno)
	1462	O-CH <sub>3</sub>
	1440 - 1400	dobramento OH
	1402	dobramento CH
	1244	estiramento C-O-C
	1033	estiramento C-O e deformação C-O
	700 - 400	estiramento C-C
Compósito Raffia/poliéster	3600 - 3400	estiramento O - H
	3060	
	3026	estiramento C-H alifático
	2936	
	1719	estiramento C=O
	1600	
	1580	estiramento do anel aromático
	1492	
	1453	dobramento assimétrico do CH <sub>3</sub>
	1376	dobramento simétrico do CH <sub>3</sub>
	1254	torção do CH <sub>2</sub>
1117	estiramento C-O	

Adaptado de Oliveira filho et al., 2020.

### 4.3 AVALIAÇÃO BALÍSTICA

Em busca de avaliar o comportamento balístico individual dos compósitos reforçados com junco-sete-ilhas nas frações volumétricas de 10, 20 e 30%, foram realizados ensaios de velocidade residual para cada uma das 3 placas contendo condições diferentes de fração volumétrica, onde todas as amostras ensaiadas foram perfuradas. Os valores da velocidade de impacto ( $V_i$ ) e a velocidade residual ( $V_r$ ) foram medidos em todos os ensaios balísticos

e permitiram encontrar os valores referentes a energia absorvida ( $E_{abs}$ ) através da EQ. 2.10. A TAB. 4.28 exhibe a energia absorvida após os disparados realizados juntamente com os valores médios para cada grupo de fração volumétrica. Baseado nos resultados obtidos, a maior energia absorvida representada pelo compósito reforçado com 10% v/v de fibras de junco-sete-ilhas pode estar associado com uma matriz epóxi relativamente frágil, por sua vez, tende a dissipar energia a partir da geração de fraturas superficiais. Além disso, pode ser um indicativo de que o reforço promovido pelas fibras não foi realizado de uma forma efetiva e na fração volumétrica ideal.

Tabela 4.28 – Energia absorvida obtida para os compósitos epoxídicos reforçados com 10, 20 e 30%v/v de fibras de junco-sete-ilhas.

<b>Energia Absorvida (J)</b>				
<b>Disparos</b>	<b>Epóxi (0% v/v)</b>	<b>(10%v/v)</b>	<b>(20%v/v)</b>	<b>(30%v/v)</b>
<b>1</b>	95,00	82,45	83,18	74,85
<b>2</b>	118,60	81,66	94,67	93,04
<b>3</b>	86,20	85,97	71,03	72,67
<b>4</b>	85,8	77,86	61,97	60,22
<b>5</b>	-	74,45	70,84	68,98
<b>Desvio padrão</b>	<b>15,4</b>	<b>1,49</b>	<b>2,52</b>	<b>2,45</b>
<b>Média</b>	<b>96,4</b>	<b>80,48</b>	<b>76,34</b>	<b>73,95</b>

Uma análise de variância (ANOVA) foi realizada para verificar se existe uma diferença significativa entre os resultados adquiridos para  $E_{abs}$  entre os compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas com diferentes frações volumétricas, sendo exibidos na TAB 4.29 que lista os parâmetros estatísticos que influenciam a confiabilidade dos resultados.

Tabela 4.29 – Análise de variância da energia absorvida média ( $E_{abs}$ ) para os compósitos epoxídicos reforçados com junco-sete-ilhas.

<b>Fonte da variação</b>	<b>GL</b>	<b>Soma de quadrados</b>	<b>Quadrado médio</b>	<b>F calculado</b>	<b>Valor "P"</b>	<b>F crítico (tabelado)</b>
<b>Entre grupos</b>	2	109,0355	54,51773	<b>0,500757</b>	<b>0,618193</b>	<b>2,806796</b>
<b>Dentro dos grupos</b>	12	1306,446	108,8705			
<b>Total</b>	14	1415,482				

A partir dos resultados obtidos, foi aceita a hipótese de que as médias são iguais com nível de significância de 5%, pois pela estatística "F", se obtém: F calculado (0,500757)

$< F$  crítico ou tabelado (2,806796). Dessa forma, é possível afirmar que não houve diferença significativa entre os grupos em relação à energia absorvida ( $E_{abs}$ ).

Aspectos macroscópicos das fraturas em todas as condições testadas após os ensaios balísticos são exibidas na FIG. 4.41. A condição de 10% em volume demonstra um padrão de ruptura sem direção preferencial, resultando em uma completa fragmentação da amostra. Apesar de ser o corpo de prova que demonstrou a maior energia de absorção, a fragmentação é um problema prático quando o material é considerado para aplicações de blindagem balística (FILHO et al., 2020). Quando considerado a aparência depois do impacto da placa compósita ensaiada, a condição que se destacou foi a de 30% em volume. Embora seja a condição que absorveu menor energia, a capacidade de manter a integridade física após o impacto balístico é de grande importância para a aplicação como um material que compõe um sistema de blindagem multicamada (SBM) contra ensaios balísticos (LUZ et al., 2017; MONTEIRO et al., 2018; ASSIS et al., 2018; PEREIRA et al., 2019b).



Figura 4.41 – Aspecto macroscópico dos compósitos após o impacto balístico, nas condições de: (a) 10% v/v, (b) 20% v/v e (c) 30% v/v.

A FIG. 4.42 exibe evidências microscópicas de mecanismos de falhas dos compósitos após o impacto balístico, como é observado a impressão da superfície da fibra na matriz, demonstrando o mecanismo de pullout. Além disso, existe a presença de fibras rompidas, trincas e marcas de rio na superfície da matriz epóxi. As marcas de rio, por sua vez, demonstram uma característica de fratura frágil predominante nas condições de 10% em reforço devido a insuficiência no percentual de reforço. Nesse caso, atuando como o principal mecanismo de falha (FILHO et al., 2020).

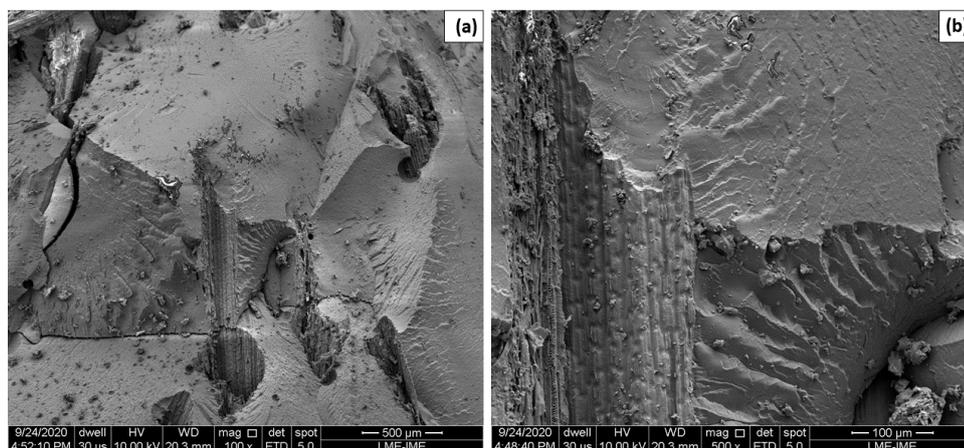


Figura 4.42 – Mecanismos de falha observados na superfície do compósito após o impacto balístico, nos aumentos de: (a) 100X e (b) 500x.

A FIG 4.43 (a) e (b) representam em detalhe o mecanismo de delaminação. No qual esse comportamento está associado com a diferença da natureza hidrofóbica da matriz polimérica e hidrofílica da fibra natural. Ocasionalmente em uma diferença que prejudica a adesão interfacial do reforço na matriz. Portanto, a trinca tende a se propagar da matriz até a interface, como é observado na FIG. 4.43 (b) onde o mecanismo de delaminação surge. Entretanto a FIG. 4.43 (a) demonstra uma fibra com uma boa adesão interfacial devido à ausência de um mecanismo de delaminação ou *pullout*, apesar de ter ocorrido um descolamento parcial da matriz durante o impacto balístico.

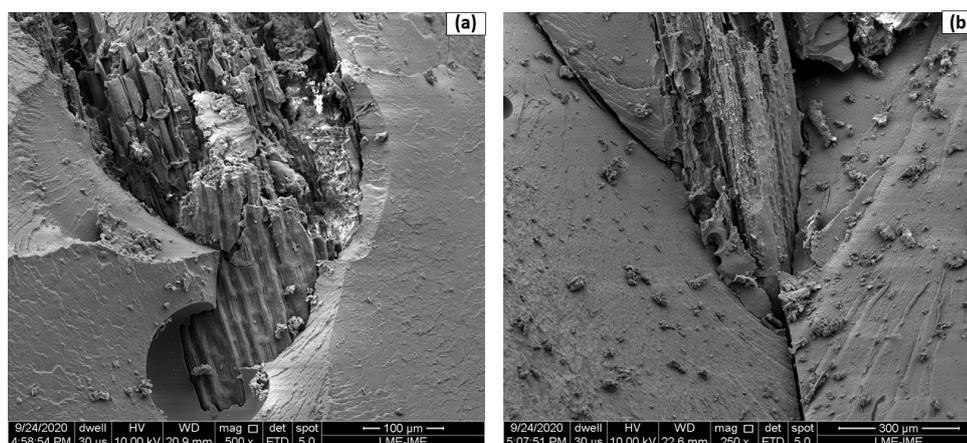


Figura 4.43 – Mecanismos de falha observados na superfície do compósito após o impacto balístico, nos aumentos de: (a) 500X e (b) 250x.

A TAB 4.30. demonstra valores referentes as velocidades médias de impacto ( $V_i$ ) e

residual ( $V_r$ ) obtidos no ensaio de velocidade residual, bem como, energia absorvida ( $E_{abs}$ ) e velocidade limite ( $V_L$ ) no presente trabalho e em investigações anteriores analisadas por outros pesquisadores.

Tabela 4.30 – Valores das velocidades médias de impacto e residual, energia absorvida, velocidade limite, massas das amostras e dos projéteis relacionados aos compósitos produzidos no presente trabalho e de outros autores.

Camada intermediária	Massa da amostra (g)	Massa do projétil (g)	$V_i$ (m/s)	$V_r$ (m/s)	$E_{abs}$ (J)	$V_L$ (m/s)	Referências
Epóxi (0% v/v)	-	-	-	-	96,4 ± 15,4	241,2 ± 18,8	RIBEIRO, 2020
Compósito epóxi/junco (10%v/v) - fibras	162,96 ± 5,10	3,28 ± 0,13	269,82 ± 3,86	146,31 ± 2,21	80,48 ± 1,49	221,45 ± 5,47	PT*
Compósito epóxi/junco (20%v/v) - fibras	162,96 ± 3,01	3,28 ± 0,17	275,90 ± 1,21	161,61 ± 3,41	76,34 ± 2,52	215,16 ± 15,91	PT*
Compósito epóxi/junco (30%v/v) - fibras	162,96 ± 1,47	3,26 ± 0,16	273,98 ± 1,29	164,35 ± 3,46	73,95 ± 2,45	212,45 ± 15,23	PT*
Compósito epóxi/tucum (20%v/v) - fibras	-	3,27	266,34	139,78	266,88	-	OLIVEIRA, 2020
Compósito epóxi/tucum (40%v/v) - fibras	-	3,29	285,38	197,82	142,14	-	OLIVEIRA, 2020
Compósito epóxi/cânhamo (30% v/v) - tecido	-	-	-	-	108,5 ± 2,1	256,3 ± 10,5	RIBEIRO, 2020

\*PT= Presente trabalho

Conforme a TAB 4.30 é possível observar que os valores referentes a energia absorvida ( $E_{abs}$ ) e velocidade limite ( $V_L$ ) dos compósitos reforçados com fibras de junco-sete-ilhas com 10, 20 e 30% v/v se encontram abaixo dos resultados obtidos em outros estudos, inclusive em relação a resina epóxi pura (OLIVEIRA et al., 2020; RIBEIRO, 2020). Os compósitos reforçados com 10% v/v de fibras de junco-sete-ilhas apresentaram uma

maior redução na velocidade do projétil se comparado aos demais compósitos reforçados com fibras de junco. Isso explica uma maior capacidade de absorção de energia, devido ao mecanismo de fratura frágil da matriz epóxi (NASCIMENTO et al., 2017). Entretanto representa somente 30,15% da energia absorvida pelo compósito epóxi/tucum reforçado com 20% v/v (OLIVEIRA et al., 2020) e apresenta estar abaixo nos valores de absorção de energia e velocidade limite para o compósito epoxídico reforçado com 30% v/v de tecido de cânhamo (RIBEIRO, 2020).

Dessa forma, é possível afirmar quando aplicados individualmente nas dimensões confeccionadas para o ensaio não seria possível uma utilização eficiente como um material de blindagem nível 1. Esse fato pode ser explicado por não ocorrer uma grande dissipação de energia cinética do projétil através dos mecanismos de fratura frágil da matriz epóxi. em conjunto com mecanismos dúcteis como delaminação entre camadas. deformação elástica do compósito. cisalhamento das camadas e tensão à ruptura das fibras (COSTA et al., 2019; FILHO et al., 2020).

## 5 CONCLUSÕES

1) A caracterização das fibras de junco-sete-ilhas revelou que a frequência relativa se apresenta em maior quantidade entre os diâmetros de 0,47 a 0,54 mm, evidenciando uma tendência a se obter fibras pertencentes a esse intervalo pelo processo de desfiação manual utilizado. Além disso, através de uma correlação matemática foi evidenciado que a densidade das fibras tende a aumentar com o inverso do seu diâmetro, isso está relacionado com uma menor presença de defeitos estruturais em fibras mais finas.

2) A análise estatística de Weibull juntamente com uma correlação matemática possibilitaram concluir que a resistência à tração aumentou com o inverso do diâmetro, conferindo uma resistência média máxima de 163,48 MPa. Além disso, micrografias obtidas por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV) confirmaram uma maior regularidade em fibras mais finas além de apresentar menos defeitos superficiais, ocorrendo o inverso para as fibras grossas. Nesse contexto, é possível inferir que as fibras mais grossas apresentam um maior número de microfibrilas frágeis levando a um mecanismo de ruptura prematura.

3) A densidade absoluta da fibra de junco-sete-ilhas obtida por meio de picnometria gasosa foi de  $1,8861 \pm 0,0939$  g/cm<sup>3</sup>. Já a densidade geométrica linear média apresentou um valor de  $0,46 \pm 0,1934$  g/cm<sup>3</sup>. Sendo que essa diferença ocasionada pelo método geométrico linear está relacionada à densidade aparente do material.

4) Os teores de holocelulose, hemicelulose e celulose da fibra de junco-sete-ilhas exibiram valores próximos a resultados obtidos para uma fibra do mesmo gênero, a *Cyperus pangorei*. O teor de celulose mais elevado para a fibra de junco-sete-ilhas pode ser um indicativo de um melhor desempenho mecânico.

5) O ensaio de *pullout* revelou o comprimento crítico de embutimento para as fibras de junco-sete-ilhas através de duas equações correspondentes aos ajustes lineares do gráfico que relaciona a tensão média máxima para cada comprimento de embutimento. O valor do  $l_c$  foi de 10,77 mm permitiu obter a resistência da ligação interfacial da fibra/matriz de 1,014 MPa, assumindo uma interface razoável entre a fibra e a matriz quando comparadas a outras fibras estudadas na literatura.

6) A análise por FTIR da fibra de junco-sete-ilhas demonstrou resultados esperados, com bandas associadas a vibrações moleculares pertencentes a grupos funcionais dos constituintes básicos que formam a microestrutura de uma FNL como a celulose, hemicelulose e lignina.

7) A técnica de difração por raios X revelou através do difratograma os picos referentes aos planos (101) e (002), onde representam respectivamente, a fase amorfa e a

fase cristalina. O primeiro pico se encontra presente a  $18,10^\circ$ , enquanto o pico referente a presença de celulose se encontra em  $25,63^\circ$ . O índice de cristalinidade calculado foi de  $62,47\%$  e seu ângulo microfibrilar com o valor de  $7,36^\circ$ . Além disso, a fibra de junco-sete-ilhas apresentou um maior percentual do índice de cristalinidade quando comparada a uma fibra de mesma espécie conhecida como *Cyperus pangorei*. Ademais, o teor de umidade encontrado presente nas fibras de junco-sete-ilhas foi de  $15,2314\%$ .

8) Por meio da análise termogravimétrica concluiu-se que a fibra apresenta estabilidade térmica até cerca de  $241^\circ\text{C}$  e seu processo de degradação térmica foi iniciado a partir desse valor. A DTG revelou que a máxima taxa de degradação ocorreu em  $300,95^\circ\text{C}$ . A análise de calorimetria diferencial de varredura permitiu observar que o pico endotérmico em  $97,4^\circ\text{C}$  está associado a perda de umidade presente nas fibras. Além disso, um aumento no fluxo de calor está possivelmente relacionado a um surgimento de um pico exotérmico em  $251^\circ\text{C}$  referente ao processo de perda de massa, ambos resultados confirmam o comportamento apresentado pelas fibras de junco-sete-ilhas na análise termogravimétrica.

9) A adição das fibras na matriz epóxi aumentaram a energia absorvida no ensaio de impacto Izod, sendo que os compósitos com uma fração volumétrica de  $30\%$  apresentaram os maiores valores médios de  $63\text{ J/m}$ . A análise de variância indicou que os compósitos de  $30\%$  v/v apresentaram uma diferença significativa entre a matriz epóxi sem reforço e os compósitos reforçados com  $10\%$  v/v, ainda os resultados obtidos rejeitaram a hipótese das médias possuírem um valor igual com um nível de  $5\%$  de confiança. Além disso, a análise de Weibull indicou que os compósitos de  $10$ ,  $20$  e  $30\%$  v/v exibiram um bom ajuste linear com valores do parâmetro de  $R^2$  acima de  $0,9$ , com exceção da matriz epóxi pura. Em comparação a outras fibras do mesmo gênero botânico, as fibras de junco-sete-ilhas apresentaram um melhor resultado em sua incorporação em uma matriz polimérica. Além disso, as imagens de MEV na superfície da fratura exibiram uma evolução nos mecanismos de fratura com o aumento da fração volumétrica, introduzindo um comportamento dúctil-frágil ( $30\%$ ), ao invés de somente frágil ( $0\%$ ). Isso é evidente devido ao surgimento de outros mecanismos de falha.

10) Os compósitos reforçados com  $30\%$  em volume apresentaram melhores resultados em relação a sua resistência à tração ( $15,17\text{ MPa}$ ) e módulo de elasticidade ( $3,77\text{ GPa}$ ). Contudo, uma comparação com os valores da literatura para a resina epóxi pura mostraram que apenas o compósito reforçado com  $30\%$  v/v de junco apresentou módulo de elasticidade superior ao da resina. Isso foi atribuído a dificuldades na transferência de carga através da fraca interface fibra/matriz. Além disso, os compósitos reforçados com fibra de junco apresentaram resistência à tração relativamente baixa, mostrando valores inferiores aos da resina epóxi pura. Indicando que as fibras provavelmente agiram mais como defeitos na estrutura da fraca interface fibra/matriz. A análise de variância rejeitou a hipótese das médias possuírem valor igual com um nível de  $5\%$  de confiança, ainda indicou que

os compósitos de 30%v/v apresentaram um melhor desempenho exibiram uma diferença significativa para os compósitos reforçados com 10%v/v. Para a análise de Weibull, todos os grupos de compósitos apresentaram um bom ajuste linear com valores de  $R^2$  acima de 0,9, indicando uma boa confiabilidade dos resultados. Ademais, as fibras de junco-sete-ilhas reforçando uma matriz polimérica não apresentaram uma resistência à tração superior a outras duas espécies do mesmo gênero botânico *Cyperus* que foram empregadas como fase reforço em matrizes poliméricas investigadas por outros pesquisadores. Imagens de MEV, por sua vez, revelaram os mecanismos de falha presentes em todas as condições. Dessa forma, evidenciou que embora a condição de 30% apresentasse uma maior intensidade em outros tipos de mecanismos de falha, ainda possuía influências de mecanismos de fratura como marcas de rio. Evidenciando que a condição de 30% apresenta um comportamento dúctil frágil.

11) Os resultados de TGA/DTG para os grupos de 10, 20 e 30% v/v dos compósitos evidenciaram uma queda na estabilidade térmica dos compósitos se comparados a resina epóxi pura e ainda ocorreu uma redução da máxima taxa de temperatura, estando diretamente relacionados com o processo de degradação das estruturas da fibra de junco-sete-ilhas. A curva de DTG para os compósitos representam pequenos picos iniciais entre os valores de 80 a 100°C referentes a perda de umidade superficial das fibras, em contrapartida a resina epóxi pura mantém baixa perda de massa sem presença de um pico inicial até a temperatura de 230°C quando sua degradação se inicia. As análises de DSC exibiram picos endotérmicos entre os valores de 66,8 e 81,1°C associados com a temperatura de transição vítrea dos compósitos e da resina epóxi.

12) Os espectros de FTIR para os compósitos reforçados com junco-sete-ilhas nas condições de 10 a 30% v/v não revelaram nenhuma diferença expressiva entre si. Ademais, as bandas observadas estão de acordo com outros compósitos reforçados com fibras naturais presentes na literatura.

13) No ensaio balístico de velocidade residual, os compósitos de 10% v/v de fibras de junco mostraram um melhor desempenho na capacidade de absorção de energia ( $80,48 \pm 1,49$  J). O que pode ser justificado pelo comportamento frágil da matriz epóxi. Entretanto, quando comparado a outros compósitos e a matriz epóxi pura ( $96,4 \pm 15,4$  J), os compósitos apresentam valores inferiores. As placas de compósitos nas frações de 30% em reforço de fibras apresentaram melhor estabilidade dimensional se comparadas com as placas de 10 e 20% em reforço de fibras. Com base nos resultados de energia de absorção analisados, é possível concluir-se que as placas de compósitos utilizadas sem a inserção em um sistema multicamada e sim de forma isolada, não apresentam viabilidade para o emprego da blindagem balística nível I. Além disso, ficou evidente através de imagens macroscópicas que a amostra de 30% foi a que apresentou melhor integridade física após os disparos. Ainda foi possível observar os mecanismos de falha na região em que foi

ocasionada a fratura através de imagens de MEV, podendo observar os mecanismos de pullout, delaminação e marcas de rios.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Baseado no estudo realizado, sugestões para trabalhos futuros podem ser propostas, como:

- Investigar outras frações de fibras de junco-sete-ilhas no compósito em condições de 40, 50 e 60% em volume, com o intuito de definir a porcentagem máxima segura em que o compósito apresenta uma melhora nas propriedades mecânicas.
- Estudar o efeito do tratamento químico das fibras de junco-sete-ilhas no desempenho mecânico dos compósitos poliméricos.
- Verificar o desempenho do compósito de matriz epóxi reforçado com junco-sete-ilhas como camada intermediária em um sistema de blindagem multicamada
- Avaliar o desempenho mecânico dos compósitos de outra matriz polimérica, como a poliéster quando reforçada com fibras de junco-sete-ilhas.
- Estudar o efeito da funcionalização do óxido de grafeno em compósitos reforçados com junco-sete-ilhas e como afeta suas propriedades mecânicas e térmicas.
- Investigar o comportamento balístico e propriedades mecânicas de um compósito híbrido utilizando outra fibra natural em conjunto como reforço.
- Estudar a influência do reforço na configuração de tecido ou manta de junco-sete-ilhas nas propriedades mecânicas de um compósito.

## REFERÊNCIAS

- ABERNETHY, R. B.; BRENNEMAN, J.; MEDLIN, C.; REINMAN, G. L. *Weibull analysis handbook*. [S.l.], 1983.
- ABNT, N. 15000. *Blindagens para impactos balísticos-classificação e critérios de avaliação*, 2005.
- ABTEW, M. A.; BOUSSU, F.; BRUNIAUX, P.; LOGHIN, C.; CRISTIAN, I. Ballistic impact mechanisms—a review on textiles and fibre-reinforced composites impact responses. *Composite Structures*, Elsevier, v. 223, p. 110966, 2019.
- ARTHANARIESWARAN, V.; KUMARAVEL, A.; SARAVANAKUMAR, S. Characterization of new natural cellulosic fiber from acacia leucophloea bark. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, Taylor & Francis, v. 20, n. 4, p. 367–376, 2015.
- ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. *Ciência e engenharia dos materiais*. [S.l.]: Cengage Learning, 2008.
- ASSIS, F. S. de; PEREIRA, A. C.; FILHO, F. da C. G.; JR, É. P. L.; MONTEIRO, S. N.; WEBER, R. P. Performance of jute non-woven mat reinforced polyester matrix composite in multilayered armor. *Journal of materials research and technology*, Elsevier, v. 7, n. 4, p. 535–540, 2018.
- ASTM-1106. *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 Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics*. 2000.
- ASTM-D3039. *Standard Test Method for Tensile Properties of Polymers Matrix Composite Materials*. 1995.
- ASTM-D3379. *Standard test method for tensile strength and Young's modulus for high modulus single-filament materials*. 2002.
- ASTM-D4892. *Standard Test Method for Density of Solid Pitch (Helium Pycnometer Method)*. 2014.
- ASTM-D5550. *Standard Test Method for Specific Gravity of Soil Solids by Gas Pycnometer*. 2015.
- BABU, G. D.; GUDAPATI, S. K.; PRASAD, A. R.; BABU, K. S. Experimental investigation on mechanical and thermal properties of esculentus cyperus fiber reinforced polypropylene composites. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 23, p. 557–560, 2020.

- BALLA, V. K.; KATE, K. H.; SATYAVOLU, J.; SINGH, P.; TADIMETI, J. G. D. Additive manufacturing of natural fiber reinforced polymer composites: Processing and prospects. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 174, p. 106956, 2019.
- BANNA, W. R. E.; FUJIYAMA, R. T.; SANTOS, I. P. dos; PEREIRA, L. C. Fibras de bananeira como material de engenharia. *Anais do XXIX COBENGE*, ABENGE Brasília, 2011.
- BENAZIR, J. A. F.; MANIMEKALAI, V.; RAVICHANDRAN, P.; SUGANTHI, R.; DINESH, D. C. Properties of fibres/culm strands from mat sedge—cyperus pangorei rottb. *BioResources*, v. 5, n. 2, p. 951–967, 2010.
- BENZAÏT, Z.; TRABZON, L. A review of recent research on materials used in polymer–matrix composites for body armor application. *Journal of Composite Materials*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 52, n. 23, p. 3241–3263, 2018.
- BEZERRA, W. B. A. *Caracterização dos Materiais Precursores e Comportamento Balístico Preliminar de Compósitos de Resina Epóxi Reforçada com Escamas de Pirarucu*. 92 p. Mestrado em Ciência dos Materiais — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2020. Disponível em: <[http://www.comp.ime.br/images/repositorio-dissertacoes/2020-Wendell\\\_Bezerra.pdf](http://www.comp.ime.br/images/repositorio-dissertacoes/2020-Wendell\_Bezerra.pdf)>.
- BLEDZKI, A.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in polymer science*, Elsevier, v. 24, n. 2, p. 221–274, 1999.
- BOUTIN, M.; ROGEON, A.; AUFRAY, M.; PIQUET, R.; ROUILLY, A. Influence of flax fibers on network formation of dgeba/deta matrix. *Composite Interfaces*, Taylor & Francis, p. 1–18, 2020.
- BRAGA, F. de O.; MILANEZI, T. L.; MONTEIRO, S. N.; LOURO, L. H. L.; GOMES, A. V.; JR, É. P. L. Ballistic comparison between epoxy-ramie and epoxy-aramid composites in multilayered armor systems. *Journal of materials research and technology*, Elsevier, v. 7, n. 4, p. 541–549, 2018.
- BRAGA, F. de O.; SIMONASSI, N. T.; CABRAL, A. C.; MONTEIRO, S. N.; ASSIS, F. S. de. Tensile and impact properties of two fiber configurations for curaua reinforced composites. In: SPRINGER. *Proceedings of the 3rd Pan American Materials Congress*. [S.l.], 2017. p. 429–436.
- BRAGA, F. O. *Comportamento Balístico de uma Blindagem Multicamada Utilizando Compósito Poliéster-Curauá como Camada Intermediária* — Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais . . . , 2015.
- BRYDSON, J. A. *Handbook of plastics Materials*. London: Van Nostrand Co, 1966.
- CANEVAROLO, S. V. et al. *Técnicas de caracterização de polímeros*. [S.l.: s.n.], 2004. v. 430.
- CAVE, I. X-ray measurement of microfibril angle. *Forest Prod J*, v. 16, p. 37–42, 1966.
- CECEN, V.; SEKI, Y.; SARIKANAT, M.; TAVMAN, I. H. Ftir and sem analysis of polyester-and epoxy-based composites manufactured by vartm process. *Journal of Applied Polymer Science*, Wiley Online Library, v. 108, n. 4, p. 2163–2170, 2008.

CHAWLA, K. K. *Composite materials: science and engineering*. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2012.

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.

DAYO, A. Q.; WANG, A.-r.; KIRAN, S.; WANG, J.; QURESHI, K.; ZEGAOU, A.; DERRADJI, M.; BABAR, A. A.; LIU, W.-b. et al. Impacts of hemp fiber diameter on mechanical and water uptake properties of polybenzoxazine composites. *Industrial crops and products*, Elsevier, v. 111, p. 277–284, 2018.

DEMOSTHENES, L. C. da 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.

DONALDSON, L. Microfibril angle: measurement, variation and relationships—a review. *Iawa Journal*, Brill, v. 29, n. 4, p. 345–386, 2008.

ELANCHEZHIAN, C.; RAMNATH, B. V.; RAMAKRISHNAN, G.; RAJENDRAKUMAR, M.; NAVEENKUMAR, V.; SARAVANAKUMAR, M. Review on mechanical properties of natural fiber composites. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 5, n. 1, p. 1785–1790, 2018.

FARUK, O.; BLEDZKI, A. K.; FINK, H.-P.; SAIN, M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in polymer science*, Elsevier, v. 37, n. 11, p. 1552–1596, 2012.

FARUK, O.; BLEDZKI, A. K.; FINK, H.-P.; SAIN, M. Progress report on natural fiber reinforced composites. *Macromolecular Materials and Engineering*, Wiley Online Library, v. 299, n. 1, p. 9–26, 2014.

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, v. 9, n. 2, p. 1734–1741, 2020.

FILHO, F. da C. G.; DEMOSTHENES, L. C. da C.; OLIVEIRA, M. S.; PEREIRA, A. C.; LUZ, F. S. da; MONTEIRO, S. N. Piassava fibers: Morphologic and spectroscopic aspects. In: *Green Materials Engineering*. [S.l.]: Springer, 2019. p. 125–131.

- GBIF. *Pesquisas de ocorrência - 2020*. 2020. 4 mai. de 2020. Disponível em: <[https://www.gbif.org/pt/occurrence/map?taxon\\_key=2738262](https://www.gbif.org/pt/occurrence/map?taxon_key=2738262)>.
- GHASEMNEJAD, H.; SOROUSH, V.; MASON, P.; WEAGER, B. To improve impact damage response of single and multi-delaminated frp composites using natural flax yarn. *Materials & Design (1980-2015)*, Elsevier, v. 36, p. 865–873, 2012.
- 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.
- GLÓRIA, G. O.; TELES, M. C. A.; LOPES, F. P. D.; VIEIRA, C. M. F.; MARGEM, F. M.; GOMES, M. de A.; MONTEIRO, S. N. Tensile strength of polyester composites reinforced with palf. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 6, n. 4, p. 401–405, 2017.
- GOMES, T. S.; VISCONTE, L. L.; PACHECO, E. B. Substituição da fibra de vidro por fibra de bananeira em compósitos de polietileno de alta densidade: parte 1. avaliação mecânica e térmica. *Polímeros*, SciELO Brasil, v. 23, n. 2, p. 206–211, 2013.
- GÜVEN, O.; MONTEIRO, S. N.; MOURA, E. A.; DRELICH, J. W. Re-emerging 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.
- HASSANI, F. O.; MERBAHI, N.; OUSHABI, A.; ELFADILI, M.; KAMMOUNI, A.; OUELDNA, N. Effects of corona discharge treatment on surface and mechanical properties of aloe vera fibers. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 24, p. 46–51, 2020.
- HIROCE, R.; JÚNIOR, R. B.; FEITOSA, C. T. Estudos nutricionais em junco: adubação e calagem. *Bragantia*, SciELO Brasil, v. 47, n. 2, p. 313–323, 1988.
- JHA, K.; KATARIA, R.; VERMA, J.; PRADHAN, S. Potential biodegradable matrices and fiber treatment for green composites: A review. *AIMS Mater. Sci.*, v. 6, p. 119–138, 2019.
- JOHN, M. J.; THOMAS, S. Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate polymers*, Elsevier, v. 71, n. 3, p. 343–364, 2008.
- JR, W. D. C.; RETHWISCH, D. G. *Callister's Materials Science and Engineering*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2016.
- 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.
- KHAN, M. Z.; SRIVASTAVA, S. K.; GUPTA, M. Tensile and flexural properties of natural fiber reinforced polymer composites: A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 37, n. 24, p. 1435–1455, 2018.
- KOOHESTANI, B.; DARBAN, A.; MOKHTARI, P.; YILMAZ, E.; DAREZERESHKI, E. Comparison of different natural fiber treatments: A literature review. *International Journal of Environmental Science and Technology*, Springer, v. 16, n. 1, p. 629–642, 2019.

KRETSCHMANN, D. E.; ALDEN, H. A.; VERRILL, S. et al. Variations of microfibril angle in loblolly pine: comparison of iodine crystallization and x-ray diffraction techniques. *Microfibril angle in wood*, p. 157–176, 1998.

KU, H.; WANG, H.; PATTARACHAIYAKOOP, N.; TRADA, M. A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 42, n. 4, p. 856–873, 2011.

KUMAR, S.; SAMAL, S. K.; MOHANTY, S.; NAYAK, S. K. Curing kinetics of bio-based epoxy resin-toughened dgeba epoxy resin blend. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Springer, v. 137, n. 5, p. 1567–1578, 2019.

LEE, C. M.; KAFLE, K.; BELIAS, D. W.; PARK, Y. B.; GLICK, R. E.; HAIGLER, C. H.; KIM, S. H. Comprehensive analysis of cellulose content, crystallinity, and lateral packing in gossypium hirsutum and gossypium barbadense cotton fibers using sum frequency generation, infrared and raman spectroscopy, and x-ray diffraction. *Cellulose*, Springer, v. 22, n. 2, p. 971–989, 2015.

LI, X.; SUN, Z.; TIAN, L.; HE, T.; LI, J.; WANG, J.; WANG, H.; CHEN, B. Effects of spatial expansion between phragmites australis and cyperus malaccensis on variations of arsenic and heavy metals in decomposing litters in a typical subtropical estuary (min river), china. *Chemosphere*, Elsevier, v. 240, p. 124965, 2020.

LOTFI, A.; LI, H.; DAO, D. V.; PRUSTY, G. Natural fiber–reinforced composites: A review on material, manufacturing, and machinability. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, SAGE Publications Sage UK: London, England, p. 0892705719844546, 2019.

LUCAS, E. F.; SOARES, B. G.; MONTEIRO, E. E. *Caracterização de polímeros: determinação de peso molecular e análise térmica*. [S.l.]: Editora E-papers, 2001.

LUO, M.; ZENG, C.-S.; TONG, C.; HUANG, J.-F.; CHEN, K.; LIU, F.-Q. Iron reduction along an inundation gradient in a tidal sedge (cyperus malaccensis) marsh: the rates, pathways, and contributions to anaerobic organic matter mineralization. *Estuaries and Coasts*, Springer, v. 39, n. 6, p. 1679–1693, 2016.

LUZ, F. S. d.; JUNIOR, E. P. L.; LOURO, L. H. L.; MONTEIRO, S. N. Ballistic test of multilayered armor with intermediate epoxy composite reinforced with jute fabric. *Materials Research*, SciELO Brasil, v. 18, p. 170–177, 2015.

LUZ, F. S. d.; MONTEIRO, S. N.; LIMA, E. S.; JÚNIOR, É. P. L. Ballistic application of coir fiber reinforced epoxy composite in multilayered armor. *Materials Research*, SciELO Brasil, v. 20, p. 23–28, 2017.

LUZ, F. S. da; FILHO, F. da C. G.; DEMOSTHENES, L. C. da C.; OLIVEIRA, M. S.; COSTA, U. O.; ALMEIDA, W. B.; 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 ballístico de munição .22. In: *Congresso Anual da ABM*. São Paulo: Sociedade Brasileira de Computação, 2019. p. 1456–1463. Disponível em: <<https://abmproceedings.com.br/ptbr/article/avaliacao-da-absorcao-de-energia-do-compósito-de-matriz-epoxi-reforçada-com-fibra-de-tucum-por-meio-de-impacto-izod-e-impacto-ballístico-de-munição-22>>

- MACIEL, N. d. O. R.; FERREIRA, J. B.; VIEIRA, J. da S.; RIBEIRO, C. G. D.; LOPES, F. P. D.; MARGEM, F. M.; MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F.; SILVA, L. C. da. Comparative tensile strength analysis between epoxy composites reinforced with curaua fiber and glass fiber. *Journal of materials research and technology*, Elsevier, v. 7, n. 4, p. 561–565, 2018.
- MANNA, S.; MUKHERJEE, S.; ROY, A. Contribution of three sedges of cyperus in the rural economy of sundarbans, india. *Global Journal of Science Frontier Research: C Biological Science*, v. 16, n. 1, p. 32–41, 2016.
- MANO, E. B. *Introdução a polímeros*. [S.l.]: Edgar Blücher, 2001.
- MARGEM, J. I.; GOMES, V. A.; MARGEM, F. M.; RIBEIRO, C. G. D.; BRAGA, F. de O.; MONTEIRO, S. N. Pullout tests behavior of polyester matrix reinforced with malva fiber. In: TRANS TECH PUBL. *Materials Science Forum*. [S.l.], 2016. v. 869, p. 371–376.
- MARIATTI, M.; JANNAH, M.; BAKAR, A. A.; KHALIL, H. A. Properties of banana and pandanus woven fabric reinforced unsaturated polyester composites. *Journal of composite materials*, Sage Publications Sage UK: London, England, v. 42, n. 9, p. 931–941, 2008.
- MARTIN, A. R.; MARTINS, M. A.; MATTOSO, L. H.; SILVA, O. R. Caracterização química e estrutural de fibra de sisal da variedade agave sisalana. *Polímeros: ciência e tecnologia*, Associação Brasileira de Polímeros, v. 19, n. 1, p. 40–46, 2009.
- MARTINS, A. L. B. S.; GOUVÊA, R. d. A.; OLIVEIRA, M. P.; CÂNDIDO, V. S.; MONTEIRO, S. N. Characterization of epoxy matrix composites incorporated with sugarcane bagasse fibers. In: TRANS TECH PUBL. *Materials Science Forum*. [S.l.], 2014. v. 775, p. 102–106.
- MAYANDI, K.; RAJINI, N.; PITCHIPOO, P.; JAPPES, J. W.; RAJULU, A. V. Extraction and characterization of new natural lignocellulosic fiber cyperus pangorei. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, Taylor & Francis, v. 21, n. 2, p. 175–183, 2016.
- MEYERS, M. A. *Dynamic behavior of materials*. [S.l.]: John wiley & sons, 1994.
- MICHELLETI, M. *Produto regional produção de esteiras*. 2011. 4 mai. de 2020. Disponível em: <<http://regionaljornal.blogspot.com/2011/08/produto-regional-producao-deesteiras>.>
- MOHANTY, A.; MISRA, M.; ; HINRICHSEN, G. Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. *Macromolecular materials and Engineering*, Wiley Online Library, v. 276, n. 1, p. 1–24, 2000.
- MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. Sustainable bio-composites from renewable resources: opportunities and challenges in the green materials world. *Journal of Polymers and the Environment*, Springer, v. 10, n. 1-2, p. 19–26, 2002.
- MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T. *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*. [S.l.]: CRC press, 2005.
- MOHANTY, S.; VERMA, S. K.; NAYAK, S. K. Dynamic mechanical and thermal properties of mape treated jute/hdpe composites. *Composites Science and Technology*, Elsevier, v. 66, n. 3-4, p. 538–547, 2006.

- MONTEIRO, S. N.; ASSIS, F. Salgado de; FERREIRA, C. L.; SIMONASSI, N. T.; WEBER, R. P.; OLIVEIRA, M. S.; COLORADO, H. A.; PEREIRA, A. C. Fique fabric: a promising reinforcement for polymer composites. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 10, n. 3, p. 246, 2018.
- MONTEIRO, S. N.; CALADO, V.; RODRIGUEZ, R. J.; MARGEM, F. M. Thermogravimetric stability of polymer composites reinforced with less common lignocellulosic fibers—an overview. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 1, n. 2, p. 117–126, 2012.
- 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.; LOPES, F. P. D.; FERREIRA, A. S.; NASCIMENTO, D. C. O. Natural-fiber polymer-matrix composites: cheaper, tougher, and environmentally friendly. *Jom*, Springer, v. 61, n. 1, p. 17–22, 2009.
- MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; NASCIMENTO, D. C. O.; FERREIRA, A. da S.; SATYANARAYANA, K. G. Processing and properties of continuous and aligned curaua fibers incorporated polyester composites. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 2, n. 1, p. 2–9, 2013.
- 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.; LOIOLA, R. L.; ASSIS, F. S. de; OLIVEIRA, M. P. Characterization of banana fibers functional groups by infrared spectroscopy. In: TRANS TECH PUBL. *Materials Science Forum*. [S.l.], 2014. v. 775, p. 250–254.
- 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.
- MONTEIRO, S. N.; MILANEZI, T. L.; LOURO, L. H. L.; JR, É. P. L.; BRAGA, F. O.; GOMES, A. V.; DRELICH, J. W. Novel ballistic ramie fabric composite competing with kevlar<sup>TM</sup> fabric in multilayered armor. *Materials & Design*, Elsevier, v. 96, p. 263–269, 2016.
- MONTEIRO, S. N.; PEREIRA, A. C.; FERREIRA, C. L.; JÚNIOR, É. P.; WEBER, R. P.; ASSIS, F. S. d. Performance of plain woven jute fabric-reinforced polyester matrix composite in multilayered ballistic system. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 10, n. 3, p. 230, 2018.
- 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, v. 69, n. 10, p. 2052–2056, 2017.
- NIRMAL, U.; SINGH, N.; HASHIM, J.; LAU, S. T.; JAMIL, N. On the effect of different polymer matrix and fibre treatment on single fibre pullout test using betelnut fibres. *Materials & Design*, Elsevier, v. 32, n. 5, p. 2717–2726, 2011.
- O'CONNOR, P.; KLEYNER, A. *Practical reliability engineering*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2012.
- (OLES), O. of L. E. S.; AMERICA, U. S. of. Ballistic resistance of body armor nij standard-0101.06. 2008.
- OLIVEIRA FILHO, L. F. F. R. d. S. A. C. V. M. S. Effect of chemical treatment and length of raffia fiber (*raphia vinifera*) on mechanical properties of polymer composites. *Polymers*, mdpi, v. 12, 2020.
- OLIVEIRA, M. S.; FILHO, F. da C. G.; PEREIRA, A. C.; NUNES, L. F.; LUZ, F. S. da; BRAGA, F. de O.; COLORADO, H. A.; MONTEIRO, S. N. Ballistic performance and statistical evaluation of multilayered armor with epoxy-fique fabric composites using the weibull analysis. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 8, n. 6, p. 5899–5908, 2019.
- OLIVEIRA, M. S.; LUZ, F. S. d.; SOUZA, A. T.; DEMOSTHENES, L. C. d. C.; PEREIRA, A. C.; BRAGA, F. d. O.; FIGUEIREDO, A. B.-H. d. S.; MONTEIRO, S. N. et al. Tucum fiber from amazon *astrocaryum vulgare* palm tree: Novel reinforcement for polymer composites. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 12, n. 10, p. 2259, 2020.
- OLIVEIRA, M. S.; PEREIRA, A. C.; FILHO, F. da C. G.; DEMOSTHENES, L. C. da C.; NUNES, L. F.; BRAGA, F. de O.; LUZ, F. S. da; MONTEIRO, S. N. Comparison of interfacial adhesion between polyester and epoxy matrix composites reinforced with fique natural fiber. In: *Green Materials Engineering*. [S.l.]: Springer, 2019. p. 69–76.
- OUSHABI, A. The pull-out behavior of chemically treated lignocellulosic fibers/polymeric matrix interface (lf/pm): a review. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 174, p. 107059, 2019.
- ÖZPARPUCU, M.; GIERLINGER, N.; CESARINO, I.; BURGERT, I.; BOERJAN, W.; RÜGGERBERG, M. Significant influence of lignin on axial elastic modulus of poplar wood at low microfibril angles under wet conditions. *Journal of experimental botany*, Oxford University Press UK, v. 70, n. 15, p. 4039–4047, 2019.
- PAOLI, M. A. D. *Degradação e estabilização de polímeros*. [S.l.]: Artliber São Paulo, 2009.
- PARK, J.-M.; SON, T. Q.; JUNG, J.-G.; HWANG, B.-S. Interfacial evaluation of single ramie and kenaf fiber/epoxy resin composites using micromechanical test and nondestructive acoustic emission. *Composite Interfaces*, Taylor & Francis, v. 13, n. 2-3, p. 105–129, 2006.
- PEÇAS, P.; CARVALHO, H.; SALMAN, H.; LEITE, M. Natural fibre composites and their applications: a review. *Journal of Composites Science*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 2, n. 4, p. 66, 2018.

- PEREIRA, A. C.; ASSIS, F. S. d.; FILHO, F. d. C. G.; OLIVEIRA, M. S.; LIMA, E. S.; LOPERA, H. A. C.; MONTEIRO, S. N. Evaluation of the projectile's loss of energy in polyester composite reinforced with fique fiber and fabric. *Materials Research*, SciELO Brasil, v. 22, 2019.
- 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, v. 8, n. 5, p. 4221–4226, 2019.
- PEREIRA, A. C.; MONTEIRO, S. N.; ASSIS, F. S.; COLORADO, H. A. Izod impact tests in polyester matrix composites reinforced with fique fabric. In: SPRINGER. *Proceedings of the 3rd Pan American Materials Congress*. [S.l.], 2017. p. 365–372.
- 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.
- PIRES, G.; PEREIRA, D.; FILHO, N. D.; VECCHIA, G. Caracterização físico-química e mecânica do sistema éster de silsexquioxano/resina epóxi dgeba/dietilenotriamina. *Revista Matéria*, v. 10, n. 2, p. 317–330, 2005.
- PORTELA, T.; LOPES, F.; LOIOLA, R.; MONTEIRO, S.; CARVALHO, E. Evaluation of the diameter influence on the tensile strength of buriti fibers by the weibull method. In: *Proceedings of the 64th Annual Meeting of the Brazilian Society for Metallurgy, Materials and Mining*. [S.l.: s.n.], 2009. p. 1–10.
- RAJAK, D. K.; PAGAR, D. D.; MENEZES, P. L.; LINUL, E. Fiber-reinforced polymer composites: Manufacturing, properties, and applications. *Polymers*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 11, n. 10, p. 1667, 2019.
- RAMANAIAH, K.; PRASAD, A. R.; REDDY, K. H. C. Thermal and mechanical properties of sansevieria green fiber reinforcement. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, Taylor & Francis, v. 16, n. 8, p. 602–608, 2011.
- 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, v. 9, n. 1, p. 622–628, 2020.
- RIBEIRO, M. P. *Caracterização de compósitos de matriz epóxi reforçada com tecido de cânhamo*. 73 p. Mestrado em Ciência dos Materiais — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2020. Disponível em: <[http://www.comp.ime.br/images/repositorio-dissertacoes/2020-Wendell\\\_Bezerra.pdf](http://www.comp.ime.br/images/repositorio-dissertacoes/2020-Wendell\_Bezerra.pdf)>.
- RUSHING, R. A.; THOMPSON, C.; CASSIDY, P. E. Investigation of polyamine quinones as hydrophobic curatives for epoxy resins. *Journal of applied polymer science*, Wiley Online Library, v. 53, n. 9, p. 1211–1219, 1994.
- SABA, N.; JAWAID, M.; ALOTHMAN, O. Y.; PARIDAH, M. A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites. *Construction and Building Materials*, Elsevier, v. 106, p. 149–159, 2016.

- SAHEB, D. N.; JOG, J. P. Natural fiber polymer composites: a review. *Advances in Polymer Technology: Journal of the Polymer Processing Institute*, Wiley Online Library, v. 18, n. 4, p. 351–363, 1999.
- 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.
- SANJAY, M.; SIENGCHIN, S.; PARAMESWARANPILLAI, J.; JAWAID, M.; PRUNCU, C. I.; KHAN, A. A comprehensive review of techniques for natural fibers as reinforcement in composites: Preparation, processing and characterization. *Carbohydrate polymers*, Elsevier, v. 207, p. 108–121, 2019.
- SANTOS, E. B. C.; MORENO, C. G.; BARROS, J. J. P.; MOURA, D. A. d.; FIM, F. d. C.; RIES, A.; WELLEN, R. M. R.; SILVA, L. B. d. Effect of alkaline and hot water treatments on the structure and morphology of piassava fibers. *Materials Research*, SciELO Brasil, v. 21, n. 2, 2018.
- SARIKAYA, E.; ÇALLIOĞLU, H.; DEMIREL, H. Production of epoxy composites reinforced by different natural fibers and their mechanical properties. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 167, p. 461–466, 2019.
- 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.
- SATYANARAYANA, K. G.; ARIZAGA, G. G.; WYPYCH, F. Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—an overview. *Progress in polymer science*, Elsevier, v. 34, n. 9, p. 982–1021, 2009.
- SATYANARAYANA, K. G.; MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; MARGEM, F. M.; SANTAFE, H. P. G.; COSTA, L. L. da. Dimensional analysis and surface morphology as selective criteria of lignocellulosic fibers as reinforcement in polymeric matrices. In: *Cellulose Fibers: Bio-and Nano-Polymer Composites*. [S.l.]: Springer, 2011. p. 215–240.
- SCIFONI, S. Identificação e proteção da paisagem agroindustrial da imigração japonesa no vale do ribeira/são paulo. p. 1–26, 2008.
- SEGAL, L.; CREELY, J.; JR, A. M.; CONRAD, C. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the x-ray diffractometer. *Textile research journal*, Sage Publications Sage CA: Thousand Oaks, CA, v. 29, n. 10, p. 786–794, 1959.
- SEIFERT, E. *OriginPro 9.1: Scientific Data Analysis and Graphing Software Software Review*. [S.l.]: ACS Publications, 2014.
- SHAH, D. U. Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review. *Journal of materials science*, Springer, v. 48, n. 18, p. 6083–6107, 2013.
- SHEKAR, H. S.; RAMACHANDRA, M. Green composites: a review. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 5, n. 1, p. 2518–2526, 2018.

- SHIOYA, M.; MYOGA, A.; KITAGAWA, A.; TOKUNAGA, Y.; HAYASHI, H.; KOGO, Y.; SHIMADA, H.; SATAKE, S.-i. Analysis of deflection and dynamic plant characteristics of cyperus malaccensis lam. *Plant Production Science*, Taylor & Francis, v. 22, n. 2, p. 242–249, 2019.
- SILVA, A. O. da; MONSORES, K. G. de C.; OLIVEIRA, S. d. S.; WEBER, R. P.; MONTEIRO, S. N. Ballistic behavior of a hybrid composite reinforced with curaua and aramid fabric subjected to ultraviolet radiation. *Journal of materials research and technology*, Elsevier, v. 7, n. 4, p. 584–591, 2018.
- SILVA, M. da; STAINER, D.; AL-QURESHI, H.; HOTZA, D. Ceramic armors for ballistic applications: a review. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 60, n. 355, p. 323–331, 2014.
- SMITH, D. Characterization of lactose by helium pycnometer. *The microreport: news and ideas for decision makers*, Micromeritics Instrument Corporation, v. 2, 1996.
- 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.
- SRIDHAR, K. R.; KARAMCHAND, K. S.; SUMATHI, P. Fungal colonization and breakdown of sedge (cyperus malaccensis lam.) in an indian mangrove. *Botanica Marina*, De Gruyter, v. 53, n. 6, p. 525–533, 2010.
- STANDARD, N. . 0101.04 (2000) ballistic resistance of personal body armor. *US Department of Justice, Office of Justice Programs, National Institute of Justice, Washington*.
- SUMMERSCALES, J.; DISSANAYAKE, N. P.; VIRK, A. S.; HALL, W. A review of bast fibres and their composites. part 1–fibres as reinforcements. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier, v. 41, n. 10, p. 1329–1335, 2010.
- SUN, Z.; LI, J.; HE, T.; TIAN, L.; LI, J.; LI, X. Bioaccumulation of heavy metals by cyperus malaccensis and spartina alterniflora in a typical subtropical estuary (min river) of southeast china. *Journal of Soils and Sediments*, Springer, v. 19, n. 4, p. 2061–2075, 2019.
- TELI, M. D.; TEREKA, J. M. Effects of alkalization on the properties of ensete ventricosum plant fibre. *The Journal of The Textile Institute*, Taylor & Francis, v. 110, n. 4, p. 496–507, 2019.
- THAKUR, V.; SINGHA, A.; THAKUR, M. Natural cellulosic polymers as potential reinforcement in composites: physicochemical and mechanical studies. *Advances in Polymer Technology*, Wiley Online Library, v. 32, n. S1, p. E427–E435, 2013.
- THAKUR, V. K.; THAKUR, M. K.; GUPTA, R. K. raw natural fiber–based polymer composites. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, Taylor & Francis, v. 19, n. 3, p. 256–271, 2014.
- VIJAY, R.; SINGARAVELU, D. L. Influence of stacking sequence on mechanical characteristics of cyperus pangorei fibres based natural fibre composites. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 5, n. 2, p. 8504–8513, 2018.

- VIJAY, R.; SINGARAVELU, D. L.; VINOD, A.; RAJ, I. F. P.; SANJAY, M.; SIENGCHIN, S. Characterization of novel natural fiber from saccharum bengalense grass (sarkanda). *Journal of Natural Fibers*, Taylor & Francis, p. 1–9, 2019.
- WANG, C.; WANG, N.; LIU, S.; ZHANG, H.; ZHI, Z. et al. Investigation of microfibril angle of flax fibers using x-ray diffraction and scanning electron microscopy. *Journal of Natural Fibers*, Taylor & Francis, 2018.
- WANG, L.; KANESALINGAM, S.; NAYAK, R.; PADHYE, R. Recent trends in ballistic protection. *Textiles and Light Industrial Science and Technology*, Science and Engineering Publishing Company, v. 3, p. 37–47, 2014.
- WANG, W. Q.; SARDANS, J.; WANG, C.; ZENG, C. S.; TONG, C.; ASENSIO, D.; PENUELAS, J. Ecological stoichiometry of c, n, and p of invasive phragmites australis and native cyperus malaccensis species in the minjiang river tidal estuarine wetlands of china. *Plant ecology*, Springer, v. 216, n. 6, p. 809–822, 2015.
- WEBB, P. A.; ORR, C. *Analytical methods in fine particle technology*. [S.l.]: Micromeritics Instrument Corp, 1997.
- YANG, H.; YAN, R.; CHEN, H.; LEE, D. H.; ZHENG, C. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel*, Elsevier, v. 86, n. 12-13, p. 1781–1788, 2007.
- YANG, P.; WANG, M.; LAI, D. Y.; CHUN, K.; HUANG, J.; WAN, S.; BASTVIKEN, D.; TONG, C. Methane dynamics in an estuarine brackish cyperus malaccensis marsh: Production and porewater concentration in soils, and net emissions to the atmosphere over five years. *Geoderma*, Elsevier, v. 337, p. 132–142, 2019.
- ZHANG, T.; GUO, M.; CHENG, L.; LI, X. Investigations on the structure and properties of palm leaf sheath fiber. *Cellulose*, Springer, v. 22, n. 2, p. 1039–1051, 2015.
- ZINI, E.; SCANDOLA, M. Green composites: an overview. *Polymer composites*, Wiley Online Library, v. 32, n. 12, p. 1905–1915, 2011.
- ZUKAS, J. *Impact dynamics: theory and experiment*. [S.l.], 1980.