

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

RAPHAEL HENRIQUE MORAIS REIS

**CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DAS FIBRAS DE GUARUMÃ
COMO REFORÇO EM COMPÓSITO DE MATRIZ EPOXÍDICA EM
SISTEMAS DE BLINDAGEM MULTICAMADA**

**Rio de Janeiro
2020**

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

RAPHAEL HENRIQUE MORAIS REIS

**CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DAS FIBRAS DE GUARUMÃ COMO
REFORÇO EM COMPÓSITO DE MATRIZ EPOXÍDICA EM SISTEMAS DE
BLINDAGEM MULTICAMADA**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Sérgio Neves Monteiro – Ph.D

Rio de Janeiro
2020

c2020

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha
Rio de Janeiro – RJ CEP: 22.290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmear 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).

Reis, Raphael Henrique Morais

Caracterização e avaliação das fibras de Guarumã como reforço em compósito de matriz epoxídica em sistemas de blindagem multicamada/ Raphael Henrique Morais Reis; orientado por Sérgio Neves Monteiro – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2019.

95p: il.

Dissertação (Mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2019.

1. Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Fibras naturais. 3. Blindagem balística. I. Monteiro, Sérgio Neves, II. Instituto Militar de Engenharia.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

RAPHAEL HENRIQUE MORAIS REIS

**CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DAS FIBRAS DE GUARUMÃ COMO
REFORÇO EM COMPÓSITO DE MATRIZ EPOXÍDICA EM SISTEMAS DE
BLINDAGEM MULTICAMADA**

Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Sérgio Neves Monteiro – Ph.D. do IME

Aprovada em 29 de janeiro de 2020 pela seguinte Banca Examinadora:

Prof. Sérgio Neves Monteiro – Ph.D. do IME – Presidente

Prof. André Ben-Hur da Silva Figueiredo – D.C. do IME

Prof. Fábio de Oliveira Braga - D.C. da UFF

Prof. Flávio James Humberto Tommasini Vieira Ramos – D.C. do IMA

Rio de Janeiro
2020

Dedico este trabalho a todos que torceram por mim!

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a minha família e amigos, principalmente, meus pais Celso André Reis e Terezinha Gonçalves de Moraes Reis, toda a dedicação e carinho de vocês que me proporcionaram estar apresentando essa dissertação. Agradecimentos apaixonados a minha namorada Larissa Fenandes Nunes por todo apoio durante este mestrado. Não menos importantes gostaria de agradecer a minha irmã Jessica e sobrinho André, o sorriso de vocês me estimula a continuar pesquisando.

Os agradecimentos principais são direcionados a Sérgio Neves Monteiro, Lúcio Fábio Cassiano Nascimento e Flávio James Humberto Tommasini Vieira Ramos e todos aqueles que contribuíram para que a produção desta dissertação de mestrado fosse possível.

Agradecimentos especiais são direcionados ao Laboratório de Ensaio Não Destrutivos, Soldagem e Corrosão (LNDC), ao Instituto de Macromoléculas (IMA), ambos da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), ao Instituto de Pesquisa da Marinha (IPqM), ao grupo de Compósitos Reforçados por Fibras Naturais e todos os demais integrantes do departamento de Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia que contribuíram para a evolução dos Sistemas de Blindagem Multicamada apoiando este estudo.

Por fim, agradeço ao Instituto Militar de Engenharia (IME) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) que contribuíram com a estrutura e financiamento necessárias a realização desta pesquisa.

“Pensar é o trabalho mais duro que há, o que
é, provavelmente, o motivo pelo qual tão
pouca gente se dedica a fazê-lo”

Henry Ford

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....	4
LISTA DE TABELAS.....	6
LISTAS DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	8
LISTA DE SIGLAS.....	11
1 INTRODUÇÃO	14
1.1 JUSTIFICATIVA.....	15
1.2 OBJETIVOS.....	16
2 REVISÃO DE LITERATURA	17
2.1 BLINDAGEM BALÍSTICA	17
2.2 SISTEMAS DE BLINDAGEM MULTICAMADA.....	21
2.3 COMPÓSITOS.....	23
2.3.1 Classificação dos compósitos.....	25
2.3.2 Compósitos reforçados com fibras naturais lignocelulósicas	27
2.4 FIBRAS NATURAIS LIGNOCELULÓSICAS.....	28
2.4.1 Propriedades relacionadas às FNLs.....	30
2.5 FIBRAS DE GUARUMÃ	32
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	34
3.1 CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA	34
3.2 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DOS COMPÓSITOS REFORÇADOS POR FIBRA DE GUARUMÃ	39
3.3 CARACTERIZAÇÃO DA BLINDAGEM MULTICAMADA.....	43
3.4 ANÁLISES ESTATÍSTICA	ERRO! INDICADOR NÃO DEFINIDO.
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	51
4.1 CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA	51
4.2 CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO	64
4.3 AVALIAÇÃO BALÍSTICA	69

5 CONCLUSÃO	75
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	77
7 REFERÊNCIAS	78

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 2.1	Método de medição da penetração causada pelo projétil balístico (NIJ-0101-06, 2008).....	19
FIG. 2.2	Desenho esquemático dos coletes balísticos de nível III e bolsos para placa balística (BRASIL, 2017).....	20
FIG. 2.3	Esquema de montagem do SBM.....	21
FIG. 2.4	Classificação dos compósitos pelo tipo de reforço (adaptada de CALLISTER, 2016).....	25
FIG. 2.5	Estruturas existentes nas FNLs; (a) Estrutura da fibra vegetal; (b) Estrutura química da celulose (adaptada de HAN & CHOI; JOHN & TOMAS, 2008).....	29
FIG. 2.6	Guarumã; (a) na forma de planta; e (b) como artesanato (SANTOS <i>et al.</i> , 2005).....	33
FIG. 3.1	Fluxograma das atividades de pesquisa.....	34
FIG. 3.2	Processo de extração das fibras de Guarumã; (a) Hidratação das fibras; (b) Extração das fibras; (c) Fibras de Guarumã após secagem.....	35
FIG. 3.3	Amostras de ensaio a tração das fibras isoladas; (a) ilustração esquemática com as dimensões de amostra; (b) aspecto final da amostra..	37
FIG. 3.4	Moldes de prensagem dos corpos de prova; (a) Camisa flutuante; (b) Punção superior e (c) Punção inferior para a prensagem dos compósitos..	40
FIG. 3.5	Processo detalhado de prensagem dos corpos de prova; (a) Preparação dos moldes de prensagem com graxa de silicone; e (b) Deposição intercalada de matriz e reforço; (c) Prensagem dos corpos de prova; (d) desmoldagem dos compósitos pós cura.	40
FIG. 3.6	Punção e camisa para a prensagem dos cerâmicos.....	41
FIG. 3.7	Modelo esquemático do corpo de prova específico para tração dos compósitos reforçados com fibras.....	42
FIG. 3.8	Modelo esquemático do corpo de prova para o ensaio de impacto IZOD..	42
FIG. 3.9	Amostra do sistema de blindagem multicamadas antes do ensaio de indentação na plastilina.....	43
FIG. 3.10	Método de deposição das fibras no molde. (a) Alinhado; (b) Aleatório e	

	(c) Bidirecional em 0° e 90°.....	43
FIG. 3.11	Pastilhas cerâmicas (Al ₂ O ₃ +Nb ₂ O ₃) após a sinterização.....	45
FIG. 3.12	Modelo esquemático da plataforma de ensaio balístico no SBM.....	46
FIG. 3.13	Modelo esquemático da plataforma de ensaio balístico de velocidade residual.....	47
FIG. 4.1	Histograma de frequência pelo diâmetro médio de fibra de guarumã.....	51
FIG. 4.2	Imagens de MEV da fratura criogênica da fibra de guarumã; (a) destaque do formato geométrico da fibra; (b) orifícios grandes atrelados ao lúmen; (c) vista superior das microfibrilas cilíndricas.....	52
FIG. 4.3	Imagem de MEV da superfície longitudinal nas fibras de guarumã; (a) aparente descolamento da microfibrila; e (b) listras grossas relacionadas a lignina com possível descolamento de microfibrila destacada ao lado....	53
FIG. 4.4	Espectro de FTIR da porcentagem de transmitância e o número de onda correspondente.....	57
FIG. 4.5	Difratograma de raios X indexado pela ficha de celulos.e Iβ.....	58
FIG. 4.6	Padrões de DRX das amostras de fibra de guarumã relacionadas a: (a) tala vertical; (b) tala horizontal; e (c) fibras atadas.....	59
FIG. 4.7	Curvas de TGA/DTG para as fibras de guarumã.....	63
FIG. 4.8	Comparação entre as energias de impacto dos compósitos EG10, EG20 e EG30, com 10, 20 e 30% vol. de fibras de guarumã, respectivamente.....	69
FIG. 4.9	Integridade estrutural dos compósitos com diferentes formas de deposição das fibras de guarumã: (a) EG30/ALI; (b) EG30/ALE; e (c) EG30/BID.....	70
FIG. 4.10	Imagens em MEV da camada intermediária (epóxi/guarumã-30%); (a) Aderência das partículas cerâmicas; (b) Ampliação da superfície aderida; (c) Fibrilas separadas pelo impacto balístico e (d) partícula cerâmica encrustada fora da microfibrila.....	71
FIG. 4.11	Comparação superficial entre as fibras antes e após ensaio balístico; (a) Estrutura fibrilar como recebido; (b) Fibras com descolamentos e trincas pós-ensaio balístico; (c) Ampliação da região destacada na figura ao lado contendo registros de fratura frágil da matriz caracterizada por marcas de rio.....	72

LISTA DE TABELAS

TAB. 2.1	Níveis de proteção e suas características principais (NIJ 0101.04, 2000).....	18
TAB. 2.2	Propriedades mecânicas de algumas fibras naturais e sintéticas (MOHANTY <i>et al.</i> , 2000).....	31
TAB. 3.1	Bandas de adsorção no FTIR de lignina (REIS <i>et al.</i> , 2019).....	37
TAB. 3.2	Siglas utilizadas para os compósitos reforçados com fibra de guarumã.....	39
TAB. 3.3	Parâmetros estatísticos utilizados na análise de variância (ANOVA)....	48
TAB. 4.1	Densidade média registrada pelos métodos de CLDF e Arquimedes...	54
TAB. 4.2	Parâmetros Weibull para cada intervalo de diâmetro investigado nas técnicas de CLDF e Arquimedes.....	55
TAB. 4.3	Densidade das fibras de guarumã via picnometria de gás hélio, conforme a região de extração (interna, intermediária e externa) da fibra em seu caule.....	55
TAB. 4.4	Teores dos microconstituintes das fibras de guarumã e outras fibras naturais.....	56
TAB. 4.5	Resultados de AMF das fibras de guarumã.....	60
TAB. 4.6	Resultados do ensaio de tração das fibras isoladas.....	61
TAB. 4.7	Comparação entre a resistência mecânica das amostras FF e FG.....	61
TAB. 4.8	Análise de variância das amostras FF e FG.....	61
TAB. 4.9	Resultados dos ensaios de tração de fibras finas e grossas.....	62
TAB. 4.10	Comparação entre as propriedades mecânicas, ângulo microfibrilar e custo, de FNLs e outros materiais que compõem o SBM.....	65
TAB. 4.11	Resultados do ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.....	65
TAB. 4.12	Análise de variância dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.....	65
TAB. 4.13	Teste de Tukey da resistência à tração dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.....	66
TAB. 4.14	Resultados e análise estatística do módulo de Young dos compósitos	66

	reforçados com fibras de guarumã.....	
TAB. 4.15	Análise de variância para os módulos de elasticidade dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.....	67
TAB. 4.16	Teste de Tukey do módulo de elasticidade dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.....	67
TAB. 4.17	Energia absorvida pelo compósito epóxi/fibras de guarumã.....	68
TAB. 4.18	Profundidade de indentação para a segunda camada epóxi/guarumã-30% para diferentes configurações de reforço.....	69
TAB. 4.19	Análise de variância da profundidade de penetração dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.....	70
TAB. 4.20	Energia absorvida pelo compósito EG30/BID.....	73
TAB. 4.21	Comparação entre as velocidades limites e energias absorvidas dos compósitos epoxidicos reforçados em 30% vol. de fibra e outros componentes do SBM.....	73

LISTAS DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

AMF	-	Ângulo Microfibrilar
CLDF	-	Cálculo Linear pelos Diâmetros das Fibras
CNPq	-	Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico
CP	-	Corpos de Prova
CPB	-	Colete de Proteção Balística
CRF	-	Compósitos Reforçados com Fibras
CRFNL	-	Compósitos Reforçados com Fibras Naturais Lignocelulósicas
dms	-	Diferença mínima significativa
DP	-	Desvio Padrão
DRX	-	Difração de Raios-X
DSC	-	Calorimetria Diferencial de Varredura
FESEM	-	Microscopia de Varredura de Emissão em Campo
FNL	-	Fibras Naturais Lignocelulósicas
FS	-	Fibras Sintéticas
FTIR	-	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier
GIFRJ	-	Gabinete de Intervenção Federal do Rio de Janeiro
GP	-	Grau de Polimerização
h	-	Hora
IC	-	Índice de Cristalinidade
l	-	Comprimento
lc	-	Comprimento crítico
m	-	Massa
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura
min	-	Minuto
mm	-	Milímetro
NEB	-	Norma do Exército Brasileiro
NIJ	-	Instituto Nacional de Justiça dos Estados Unidos - <i>National</i>

Institute of Justice

PB	-	Proteção Balística
PEUAPM	-	Polietileno de Ultra Alto Peso Molecular
PMEK	-	Peróxido de Metil-Etil-Cetona
PT	-	Presente trabalho
SBM	-	Sistema de Blindagem Multicamada
SPB	-	Sistema de Proteção Balística
VI	-	Velocidade do disparo
VL	-	Maior velocidade de disparo no qual o compósito resiste sem ser perfurado
vol	-	Volume
V _r	-	Velocidade residual pós-impacto
TGA	-	Análise de Gravimétrica Térmica
GL	-	Nº de graus de liberdade
SQ	-	Soma dos quadrados
MQ	-	Quadrado médio
SQT	-	Valor obtido para cada tratamento
SQR	-	Soma dos quadrados do resíduo
SQ _{To}	-	Soma dos quadrados total
QMT	-	Quadrado médio dos tratamentos
QMR	-	Quadrado médio do resíduo

SÍMBOLOS

Al	-	Alumínio
Al ₂ O ₃	-	Alumina
E	-	Módulo de Young
E _{abs}	-	Energia absorvida
k	-	Nº de tratamentos
M ₁	-	Peso do fio suspenso no ar
M ₂	-	Peso da imersão em suspensão do fio

M_3	-	Peso do fio de suspensão mais a fibra
M_4	-	Peso de fio de suspensão mais a imersão de fibra em líquido
Nb_2O_5	-	Nióbia
O	-	Oxigênio
r	-	Nº de repetições
\emptyset_1	-	Diâmetro médio a 0°
\emptyset_2	-	Diâmetro médio a 90°
%	-	Porcentagem de transmitância
β	-	Módulo de Weibull
x	-	Propriedade medida
θ	-	Parâmetro de normalização
ρ_{CLDF}	-	Massa específica do obtida pelo diâmetro das fibras
ρ_{ARQ}	-	Massa específica de fibra
ρ_l	-	Massa específica do líquido
μm	-	Micrômetro
σ_{max}	-	Resistência a tração máxima

LISTA DE SIGLAS

CAEx	Centro de Avaliação do Exército
CBPF	Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas
IMA	Instituto de Macromoléculas
IME	Instituto Militar de Engenharia
IPqM	Instituto de Pesquisa da Marinha
LNDC	Laboratório de Ensaios Não Destrutivo, Soldagem e Corrosão.
RETEX	Relatório Técnico Experimental
UFPA	Universidade Federal do Pará
UFRJ	Universidade do Estado do Rio de Janeiro
PA	PARÀ

RESUMO

De acordo com a evolução da indústria bélica, novas tecnologias de blindagem balística foram sendo desenvolvidas, entre elas o sistema de blindagem multicamada (SBM). Esse sistema geralmente é composto pela união de três materiais dispostas com a finalidade de agregar as propriedades individuais de cada um, para aumentar a proteção balística requerida. Neste trabalho, foram estudados os SBMs formados por pastilhas cerâmicas compostas por 96% de alumina (Al_2O_3) e 4% de nióbia (Nb_2O_5) na camada frontal, compósitos epoxídicos reforçados com fibras de guarumã (*Ischnosiphon Koern*) na segunda camada e 16 folhas de tecido de aramida (kevlar ©) compondo a última camada. Nesse sistema, as fibras naturais possibilitam uma proteção pessoal leve e sustentável a custo baixo que pode proporcionar proteção contra projéteis de alta velocidade (>800 m/s), como o 7,62 x 51 mm. Em especial, as fibras de guarumã são fibras amazônicas ainda pouco investigadas, principalmente em aplicações de engenharia. Portanto, um dos objetivos desta pesquisa foi a caracterização das fibras de guarumã, quanto a suas propriedades químicas, térmicas, mecânicas e morfológicas para comparação às outras fibras utilizadas em camadas intermediárias de SBMs. Os resultados mostraram que os compósitos reforçados com guarumã atendem aos requisitos da norma NIJ-0101.06 (2008) que condiz com trauma médio de 27,51 mm, inferior aos 44 mm exigidos. Além desse requisito, as fibras de guarumã apresentaram baixo valor de densidade ($0,59$ g/cm³) e propriedades mecânicas satisfatórias (média de 612 MPa de resistência a tração), as quais foram coerentes com a composição química rica em celulose (39,7%) e hemicelulose (40,3%).

ABSTRACT

According to the evolution of the war industry, new ballistic armor technologies were being developed, including the multilayer armor system (MAS). This system is usually composed of the union of three arranged in order to aggregate the individual properties of each one, to increase the required ballistic protection. In this work, MAS formed by ceramic tablets composed of 96% alumine (Al_2O_3) and 4% niobium (Nb_2O_5) in the front layer, epoxy composites reinforced with guaruman fibers (Ischnosiphon Koern) in the second layer and 16 sheets of aramid fabric (kevlar ©) composing the last layer were investigated. In this system, natural fibers can provide light and sustainable personal protection at a low cost that can provide protection against high-speed projectiles (> 800 m/s), such as 7.62 x 51 mm. In particular, guarumã fibers are Amazonian fibers that have not yet been investigated, especially in engineering applications. Therefore, one of the objectives of this research was the characterization of guarumã fibers, regarding their chemical, thermal, mechanical and morphological properties for comparison with other fibers used in intermediate layer of MAS. The results showed that composites reinforced with guarumã were according to the criteria of NIJ-0101.06 (2008) standard, which is consistent with average trauma of 27.51 mm, less than the required 44 mm. In addition to this requirement, guarumã fibers showed low density values (0.59 g/cm^3) and satisfactory mechanical properties (tensile strength of 612 MPa), which were consistent with the chemical composition rich in cellulose (39.7%) and hemicellulose (40.3%).

1 INTRODUÇÃO

A inovação nos equipamentos de proteção balística vem aumentando em relação proporcional às novas tecnologias bélicas utilizadas nas guerras e conflitos armados em termos globais. Atualmente, armamentos com munições de alto calibre são encontrados em centros urbanos, como a cidade do Rio de Janeiro, o que desafia os aparatos de proteção individual das polícias civil e militar, assim como as do Exército Brasileiro (ANTUNES, 2019). Diante deste cenário, novas técnicas e materiais vêm sendo desenvolvidos em busca de suprimir as demandas de proteção corporal para essas munições com alto poder de impacto.

Os parâmetros de proteção balística brasileiro seguem as normas internacionais do Instituto Nacional de Justiça dos Estados Unidos (*National Institute of Justice* - NIJ). Segundo a norma NIJ 0101-04 (2000), e no Brasil a norma ABNT NBR 15000 (2005), uma munição é considerada com alto poder de impacto quando a velocidade do projétil for superior a 823 m/s^2 . De forma geral, blindagens balísticas voltadas a este tipo de solicitação dinâmica são classificadas como blindagens de nível III, e servem para proteção contra o 7,62 x 51 mm.

Segundo Benzait (2018), a proteção para combate contra as munições com alto poder de impacto é feita pelo Sistema de Blindagem Multicamada (SBM). A estrutura do SBM pode ser composta por três camadas, sendo a primeirageralmente constituída por placas cerâmicas que possuem a finalidade de fragmentar a ponta do projétil e absorção de grande parte da energia do projétil durante o disparo. A segunda camada geralmente é formada por um polímero ou compósito que é responsável por capturar os fragmentos cerâmicos e metálicos decorrentes do impacto inicial entre a primeira camada e o projétil. Assim, a terceira camada têm-se os tecidos sintéticos que impedem que qualquer partícula residual perfure o corpo do combatente (BENZAÏT, 2018). De forma geral, os materiais atualmente utilizados nos SBMs são o carbeto de boro (B_4C), o Polietileno de Ultra Alto Peso Molecular (PEUAPM) e as fibras sintéticas de aramida.

Entretanto, mesmo possuindo excelente relação de peso pela resistência balística, os materiais convencionais possuem uma baixa vida útil e um alto custo de produção o que motiva a pesquisa por materiais alternativos para os SBMs. Alguns estudos recentes abordaram a alumina (Al_2O_3) e os compósitos reforçados com Fibras Naturais Lignocelulósicas (FNLs) como possíveis substitutos aos materiais convencionais, sem a

decorrência de perdas no desempenho mecânico ou balístico. Dessa forma, a fácil obtenção de ambos os materiais (alumina e FNLs), somados a simplicidade do processamento dos mesmos para o uso em SBMs elevou as pesquisas brasileiras nesta área do conhecimento.

Considerando estes fatos, este trabalho explorou os conceitos aplicados ao desenvolvimento do SBM destacando o uso e características das fibras de Guarumã como reforço na camada intermediária. A planta de Guarumã é tipicamente encontrada perto dos rios da região amazônica. Sua fibra é conhecida pelo seu desempenho mecânico e coloração dourada, sendo utilizada em diversos tipos de artesanatos, tais como chapéus, cestos e bancos. Entretanto, esta FNL foi pouco explorada cientificamente, e poucas informações são encontradas em relação as suas características mecânicas, químicas, térmicas e morfológicas como fibra isoladamente, tão bem como reforço em compósitos para SBMs.

1.1 Justificativa

As FNLs são materiais naturais com baixa massa específica e amplamente encontradas no território nacional. Biodegradáveis e de baixo custo, quando as FNLs estão associadas a uma matriz polimérica, resultam em compósitos com características adequadas a camada intermediária de um SBM. Todavia, cada espécime possui características únicas que devem ser avaliadas para associar sua melhor aplicação em materiais de engenharia.

Os Coletes de Proteção Balísticos (CPB) usados pelo Exército Brasileiro são compostos por materiais sintéticos, importados, de elevado custo. Necessariamente, estes equipamentos de proteção após cinco anos de sua fabricação são estocados e incinerados. Desta forma, a pesquisa por CPB com materiais alternativos que reduzam os custos do Estado, seja no preço de fabricação ou no tempo de vida útil, torna-se relevante ao desenvolvimento econômico do Brasil, além de seu desenvolvimento científico e tecnológico.

Em suma, a dissertação aqui discutida é justificada por ampliar o conhecimento científico sobre as fibras de Guarumã, avaliando-as como componente de reforço na camada secundária para o SBM. Outrossim, as fibras de Guarumã são fibras naturais brasileiras, sendo uma fonte de renda para inúmeras famílias em regiões ribeirinhas do norte do país. Desta maneira, esta pesquisa pode agregar valor econômico a este insumo meramente usado em artesanato, dando a esta fibra novas aplicações na área militar, como a sua utilização em componente de SBMs.

1.2 Objetivos

O objetivo geral deste trabalho é caracterizar as fibras de Guarumã quanto as suas propriedades individuais tanto como fibra, quanto em reforço para compósito de matriz epoxídica usado na segunda camada de um SBM. Entre os objetivos específicos, destacam-se:

- Realizar a caracterização morfológica, química, térmica e mecânica das fibras de Guarumã;
- Selecionar a fração volumétrica de fibra para o compósito com maior resistência aos ensaios de tração e impacto;
- Obter a configuração das fibras sobre a matriz polimérica com melhor integridade do compósito pós-impacto balístico;
- Realizar a avaliação balística da velocidade residual do compósito;
- Obter os valores de indentação sofrida pela plastilina através do ensaio balístico do SBM;
- Realizar a comparação entre o comportamento dinâmico do compósito reforçado com Guarumã com as principais fibras naturais presentes na literatura.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Blindagem balística

O conceito fundamental sobre a blindagem, ou armaduras, é extremamente antigo. A necessidade de proteção contra possíveis danos, principalmente em um campo de batalha está enraizada no instinto humano (YADAV, 2016). Naturalmente, o progresso tecnológico em torno do desenvolvimento de blindagens evoluiu rapidamente com materiais mais leves e eficientes, em especial ao que se refere à proteção contra artefatos balísticos (HAZELL, 2015).

Segundo Hazell (2015), a evolução das blindagens sempre esteve emparelhada ao desenvolvimento de novos armamentos. Historicamente, as armaduras de proteção pessoal já foram fabricadas usando vários materiais como o couro, a madeira, as fibras naturais, e também os metais (MONTEIRO *et.al*, 2019). Entretanto, após o desenvolvimento das armas de fogo houve uma completa mudança na dinâmica do campo de batalha e conseqüentemente nos equipamentos de proteção individual, levando a evolução dos Sistemas de Proteção Balística (SPB) quanto a suas propriedades de absorção de energia (YADAV, 2016).

Durante muitos anos o aço protagonizou a tecnologia de proteção contra projéteis com alta velocidade de impacto, associando a eficiência desta armadura monolítica com a espessura de sua blindagem (YADAV, 2016; MONTEIRO *et.al*, 2019, NASCIMENTO *et.al*, 2019). Na Segunda Guerra Mundial, os tanques de guerra alemães eram fortemente blindados com um casco frontal com aproximadamente 150 mm de aço, comprometendo a sua mobilidade devido ao excesso de peso (cerca de 70 toneladas). Inquestionavelmente, os gigantes tanques alemães causavam medo em seus inimigos, entretanto, poucos exemplares desses equipamentos foram fabricados devido as constantes falhas mecânicas ocasionadas pelo seu peso excessivo (HAZELL, 2015).

A relação entre o peso e a mobilidade também se aplica aos sistemas de proteção individual. Atualmente, laminados com tecidos de aramida são suficientes para blindagens contra disparos de baixo a médio calibre. Entretanto, munições como o 7,62 x 51 mm possuem poder de penetração e energia de impacto superior aos demais, exigindo laminados

espessos que comprometem a mobilidade e o peso da blindagem (PEREIRA, 2019). Desse modo, algumas pesquisas foram iniciadas com o emprego de diferentes materiais em camadas, cuja combinação de propriedades atende as demandas de proteção destinada aos armamentos de alta energia cinética (NASCIMENTO, 2019; TEPEDUZU, 2019).

O Exército Brasileiro trata o desempenho dos Coletes de Proteção Balística (CPB) através de padrões internacionais estabelecidos pela norma NIJ 0101-04 (2000). A classificação destes CPBs é subdividida pelo calibre do armamento, assim como pela massa e velocidade do projétil. A seguir, a TAB. 2.1 ilustra as informações dos níveis e características de proteção definidas pela NIJ.

TAB. 2.1 - Níveis de proteção e suas características principais (NIJ 0101.04, 2000).

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

Os CPB de nível III são coletes com um alto poder de proteção balística destinados para situações táticas, e são indicados contra munições de 7,62 x 51 mm (NIJ 0101-04, 2000). A massa nominal destes projéteis é de 9,8 g e a velocidade de impacto equivale a 838 m/s. Logo, estes equipamentos resistem tanto aos impactos de nível III quanto aos de menores níveis. Em contrapartida, a eficiência e o tempo de vida destes coletes são limitados ao intemperismo do ambiente e o modo de armazenamento, sendo necessários cuidados especiais em climas quentes e úmidos (NIJ, 2000).

A Norma do Exército Brasileiro (NEB, 2009), especifica os CPBs de nível III como um aparato de proteção individual contra o impacto de projéteis ao tronco dos combatentes. A NEB (2009) reforça que a classificação e testes destes CPBs devem seguir a NIJ 0101.04 (2000), sendo sua avaliação técnica realizada pelo Centro de Avaliação do Exército (CAEx). Ao final do procedimento de avaliação deverá ser expedido o Relatório Técnico Experimental (RETEX) pelo departamento responsável descrevendo as conformidades dos equipamentos de proteção testados (NEB, 2009).

A diretoria de abastecimento do Exército Brasileiro especifica que a cada lote de CPB de nível III devem ser separados 8 (oito) amostras para avaliação técnica e balística. A NIJ 0101-04 (2000) indica que a resistência à penetração destas blindagens individuais deve possuir indentações inferiores a 44 mm do material de apoio, a plastilina. A FIG 2.1, mostra o esquema de penetração causada pelo impacto balístico sobre a plastilina. Caso, após o ensaio balístico, seja observado no CPB alguma perfuração ou trauma com indentação superior ao valor estabelecido pela NIJ (2000), em qualquer uma das oito amostras, todo o lote fabricado será considerado defeituoso e conseqüentemente rejeitado (BRASIL, 2017).

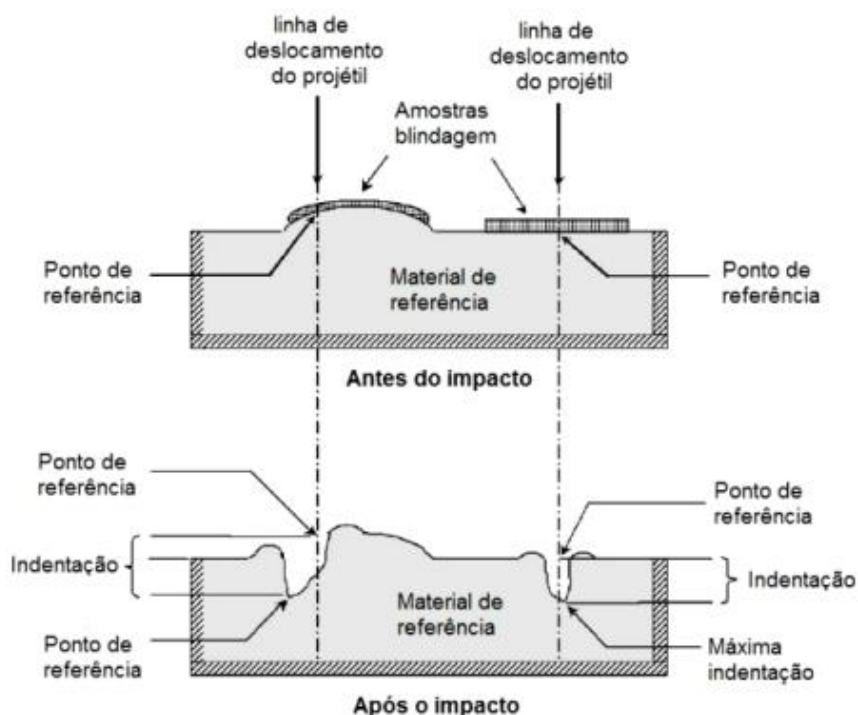


FIG 2.1 – Método de medição da penetração causada pelo projétil balístico (NIJ-0101-06, 2008).

Os testes balísticos em CPBs são executados com seis tiros de calibre, peso e velocidade adequados ao grau de proteção selecionado, tanto na parte frontal quanto dorsal. O nível de proteção III é adquirido com a inserção de placas especiais. A seguir, a FIG. 2.2 apresenta a esquematização dos bolsos que acoplam as placas balísticas que conferem a proteção de nível III. Segundo o item 5.1-C da norma brasileira para estes coletes, os materiais adequados ao desenvolvimento destas placas de proteção podem ser constituídos por cerâmicos, polímeros, ou quaisquer outros materiais, incluindo a sua combinação, desde que se adequem a exigência balística necessária (NEB, 2009).

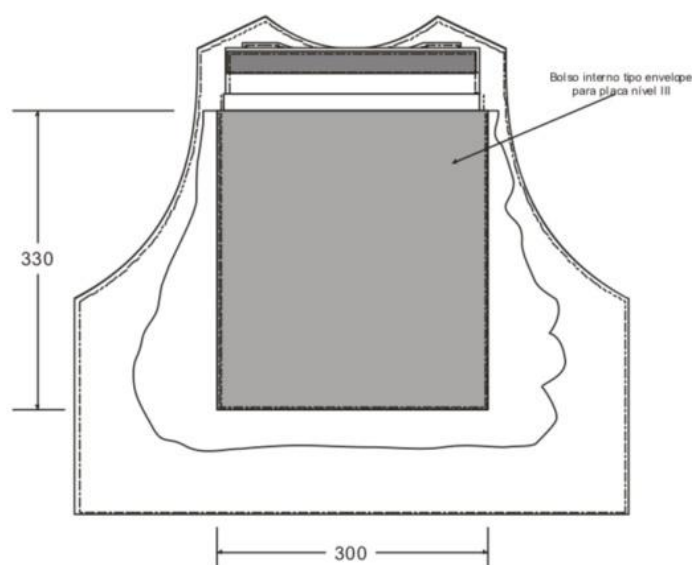


FIG 2.2 – Desenho esquemático dos coletes balísticos de nível III e bolsos para placa balística (BRASIL, 2017).

Revisando a demanda por CPBs do Estado brasileiro, entre 2014 e 2018, o Ministério da Justiça e Segurança Pública (BRASIL, 2014; BRASIL, 2017a), assim como, o Gabinete de Intervenção Federal do Rio de Janeiro (BRASIL, 2018) realizaram ao menos três licitações para obterem equipamentos de proteção individual do nível III e IIIA. Em 2014, foram solicitados quase 115 mil coletes de nível IIIA destinados à todas as regiões do Brasil, sendo o custo máximo previsto de 118 milhões de reais (BRASIL, 2014). Logo após em 2017, as unidades armadas da Força Nacional solicitaram mais 6930 coletes de nível III (BRASIL, 2017a). No ano seguinte, o Gabinete de Intervenção Federal do Rio de Janeiro (GIFRJ) na tentativa de recuperar a capacidade operativa dos órgãos de segurança solicitou outras 9360 unidades de CPBs, também de nível III com um investimento aproximado de 50 milhões de reais (BRASIL, 2018).

Baseando-se nos valores apresentados, o Estado Brasileiro tem tido grandes investimentos em equipamentos de proteção. Sendo possível estimar investimentos estatais em cerca de R\$ 1410,00 por CPB a cada cinco anos, tempo médio da vida útil destes equipamentos (BRASIL, 2017b). Portanto, novos materiais e sistemas que reduzam o custo de produção, ou proloquem o tempo de vida, são essenciais a este campo de conhecimento.

2.2 Sistemas de blindagem multicamada

Sistemas de Blindagem Multicamada (SBMs) são camadas de materiais estruturados cuja sinergia de propriedades aprimora a capacidade de absorção da energia de impacto gerada por projéteis balísticos. Geralmente, os SBMs possuem três camadas, como pode ser visto na FIG. 2.3. A primeira camada é constituída por placas cerâmicas. A camada intermediária por polímeros ou compósitos. Por fim, a terceira camada utiliza placas de metais dúcteis ou laminados de poliaramida. Cada camada em um SBM possui funções específicas que utilizam vantagem das propriedades de cada material obtendo os melhores resultados em resistência balística, peso específico e custo (MEDVEDOVSKI, 2010).

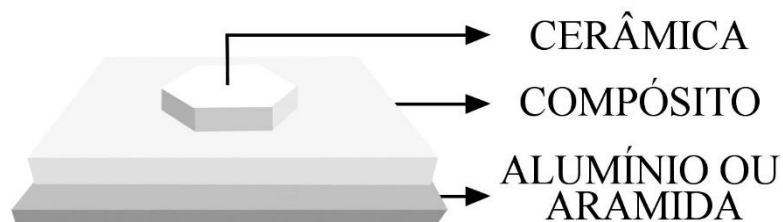


FIG 2.3 – Esquema de montagem do SBM.

A camada cerâmica é responsável por absorver a maior parte da energia de impacto produzida pelo projétil. Além disso, devido a sua alta resistência à compressão dinâmica, estas pastilhas deformam a ponta da munição reduzindo seu poder de penetração (LOURO, 1988; LOURO, 1989). De modo geral, o carbeto de silício, carbeto de boro, assim como nitretos e boretos são os principais materiais usados nesta camada. Entretanto, pastilhas com óxido de alumínio (alumina), e outras versões dopadas, têm se destacado em seu uso na camada frontal como materiais alternativos aos convencionais. Apesar da sua alta densidade,

entre 3,95 g/cm³, a alumina obteve resultados balísticos satisfatórios, principalmente quando é considerado o seu custo de produção (MEDVEDOVSKI, 2010).

O Polietileno de Ultra Alto Peso Molecular (PEUAPM), comercialmente conhecido como Dyneema® ou Spectra®, é comumente aplicado como segunda camada em SBM (LEE, 1994; MORYE, 2000). Outras opções, são os tecidos de fibras sintéticas de poliaramida, geralmente comercializadas com os nomes de Kevlar® ou Twaron® (JACOBS, 2001; LEE, 2003). Em um sistema de multicamadas a função da camada intermediária é a retenção da nuvem de partículas geradas pelo impacto inicial entre a camada cerâmica e o artefato balístico. Além do mais, a camada secundária dissipa parte da energia residual, e muitas vezes retém o fragmento metálico da munição.

Recentemente, pesquisas envolvendo o uso de compósitos poliméricos reforçados com Fibras Naturais Lignocelulósicas (FNLs) demonstraram seu possível potencial à aplicação balística (MONTEIRO, 2019; MONTEIRO, 2018) . Análises sobre o custo produtivo, densidade do compósito, e nível de resistência a intemperismos climáticos demonstram que as FNLs podem ser grandes aliadas na substituição dos materiais sintéticos em SBMs. Contudo, existe inúmeras espécies de FNLs, que somadas as heterogeneidades nestas fibras, produz uma vasta quantidade de propriedades que devem ser exploradas para sua aplicação (MONTEIRO, 2011; MONTEIRO, 2019).

Por fim, a terceira camada é considerada o recurso final de proteção entre o projétil balístico e a integridade física do combatente. Esta camada bloqueia a passagem de resquícios das blindagens anteriores e do projétil. Quando ela é composta por um material metálico, geralmente o alumínio, o principal mecanismo de absorção de energia é a deformação plástica da placa. Entretanto, os CBPs de nível IIIA são compostos por tecidos de poliaramida que exercem o mesmo papel das placas metálicas. Portanto, recentes pesquisas em torno dos SBMs vêm substituindo o alumínio pelos laminados de poliaramida, simulando as condições reais no uso dessas blindagens.

Segundo Monteiro (2018), a eficiência da absorção de energia dos SBMs está associada à interação entre a onda de choque gerada pelo impacto balístico e as interfaces das camadas. Isto se deve pela forma de transmissão das tensões internas pelos átomos que compõem as camadas. Tratando-se de um processo com altas taxas de deformação, as tensões internas geradas pelo impacto balístico são transmitidas átomo a átomo como ondas, com pulsos trativos ou compressivos definidos pelas características atômicas do meio de propagação (MEYERS, 1994). Em outras palavras, quanto menor a densidade da camada posterior a

frontal, menor será a energia de impacto resultante entre às interações de impedância de choque entre estas camadas (KRISHNAN, 2010).

O impacto balístico gera uma onda de choque compressiva na camada frontal dos SBMs, entretanto, a interface menos densa da camada posterior reflete esta onda na forma trativa, fragmentando totalmente o material cerâmico. Além disso, o tipo de mecanismo de fratura da cerâmica induz a quantidade de energia a ser dissipada pela camada. Um exemplo disso são as pastilhas cerâmicas de alumina (Al_2O_3) que apresentam fratura transgranular. Entretanto, quando aditivada com nióbia (Nb_2O_5), o mecanismo de fratura torna-se intergranular o que eleva a energia necessária para a propagação da trinca (MADHU, 2005).

De acordo com a literatura, somente o tecido de aramida absorve menos que 2% da energia de impacto do projétil da munição calibre 7,62 mm (MONTEIRO, 2015). Todavia, quando o tecido de aramida é associado a uma camada frontal de cerâmica, esse SBM absorve 36% da energia de impacto para disparos de mesma munição. Este comportamento pode ser explicado pelos diferentes mecanismos de absorção envolvidos. No primeiro caso, o mecanismo de ruptura das fibras mostrou-se menos eficiente quando comparado ao mecanismo de absorção da energia cinética por incrustação da nuvem de fragmentos cerâmicos, proveniente do segundo exemplo. As forças de Van der Waals e a atração eletrostática presente no processo de retenção das partículas, em conjunto com a diferença de densidade entre as camadas promovem uma maior absorção de energia.

Apesar de sua eficiência, o preço e a obtenção da aramida são fatores preocupantes a este sistema de blindagem. Logo, diversas pesquisas foram realizadas com o objetivo de substituir o tecido de aramida por compósitos reforçados por FNLs (SILVA, 2014; LUZ, 2014; BRAGA, 2017; LUZ, 2017; NASCIMENTO, 2017; MONTEIRO, 2018; BRAGA, 2018; ASSIS, 2018). Este promissor campo de pesquisa visa à redução dos custos de produção dos SBMs usando fibras naturais, matéria-prima existente em larga escala no Brasil, sem reduzir a performance destas blindagens.

2.3 Compósitos

Materiais compósitos, também conhecidos como materiais compostos, conjugados ou reforçados, surgem como opção às necessidades impostas pela indústria (VASILIEV, 2001;

CHAWLA, 2012; CALLISTER, 2016). Historicamente, os materiais compósitos existem há milhares de anos em sua forma natural. Como exemplos de compósitos naturais têm-se a madeira e os ossos, conhecidos nos primórdios da humanidade por suas notáveis propriedades estruturais e baixa densidade (CLYNE, 2019). Contudo, o conceito moderno de compósitos surgiu a partir da necessidade de se obter múltiplas propriedades, somente possíveis pela união de duas ou mais classes de materiais (PARDINI, 2006; CLYNE, 2019). Atualmente, aplicações envolvendo compósitos estendem-se às áreas de infraestrutura civil, automobilística, biomedicina e aeroespacial, e continuam a crescer diante do mercado tecnológico (PARDINI, 2006).

Caracteristicamente, materiais conjugados possuem ao menos duas fases, sendo uma considerada a fase dispersa (reforço) e outra a fase aglutinante (matriz). A matriz pode ser constituída tanto por materiais cerâmicos, poliméricos, ou metálicos. Da mesma forma, a fase dispersa pode ser formada por ambas as classes de materiais citadas. Entretanto, quanto à geometria, o reforço pode ser dividido em partículas ou fibras. A propriedade final desse material é a consequência da interação entre a matriz (parte contínua) que engloba as demais fases, e o reforço (parte descontínua) cuja geometria, distribuição, orientação e compatibilidade com a matriz são fatores essenciais para as características pretendidas (SANJAY, 2019).

A função das fases é muito bem definida nos materiais multifásicos. O elemento descontínuo ministra o papel de resistir ao esforço externo, enquanto o contínuo distribui o estímulo a todo o material (SAHEB, 1999). Além disso, a região interfacial também confere características intermediárias, além das características intrínsecas de cada componente, influenciando diretamente as propriedades finais do compósito (CHAWLA, 2012).

A orientação e a quantidade da fase dispersa são fatores essenciais a eficiência mecânica dos compósitos. A fração volumétrica ou mássica do reforço determina o desempenho do compósito, sendo que maiores frações desta fase promovem um incremento de suas propriedades mecânicas. Entretanto, o carregamento em excesso aglomera a fase dispersa, diminuindo o contato da carga com a matriz que encontra uma maior dificuldade em transmitir as tensões aplicadas (SATYANARAYANA, 1990). Além disso, é fundamental o tipo de distribuição e orientação do reforço, afinal de contas, esses parâmetros definem o eixo com maior resistência (FOLKES, 1982).

Adicionalmente, materiais multifásicos são excepcionalmente versáteis. Detentores de uma grande inércia química, resistentes a intemperismos como a umidade, vento, sol e

oscilações térmicas os compósitos podem ser utilizados em ambientes agressivos, sendo opções extremamente plausíveis as aplicações militares como os coletes a prova de balas. Além disso, é possível a adição de aditivos e resinas especiais para obter propriedades específicas, por exemplo, a proteção ultravioleta (CHAWLA, 2012; MONTEIRO, 2009).

2.3.1 Classificação dos compósitos

Basicamente, uma grande variedade de materiais é utilizada na fabricação de compósitos. Naturalmente, surgiu-se a necessidade de classificá-los conforme suas características, sendo a primeira separação quanto à origem do material, podendo ser de origem natural ou sintética. Os compósitos desenvolvidos para fins de engenharia são de forma geral materiais sintéticos, sendo esse o principal motivo em torno de sua pesquisa. Quanto a sua classificação, assim como pode ser visto na FIG 2.4, foi definida a partir do tipo e particularidades do reforço que compõe a matriz. (CALLISTER, 2016).

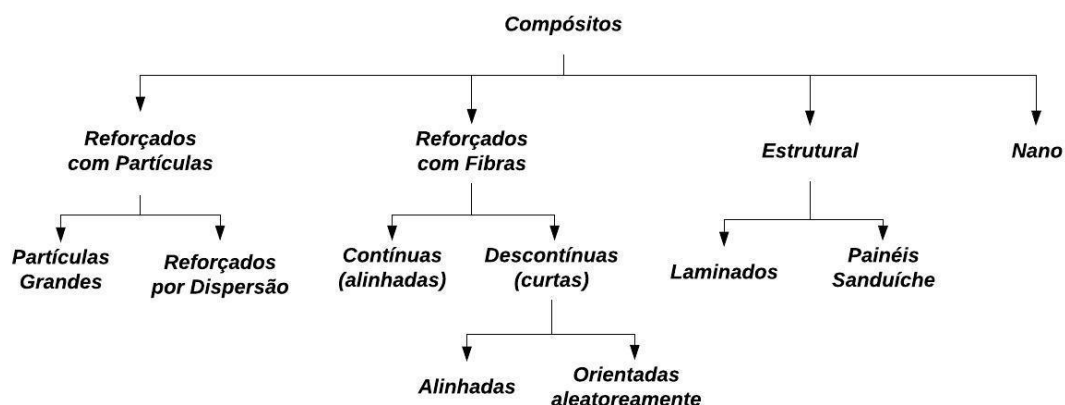


FIG 2.4 – Classificação dos compósitos pelo tipo de reforço (adaptado de CALLISTER, 2016).

Sobretudo, a geometria da fase dispersa determina a subclassificação dos materiais multifásicos. Desta forma, os fatores que compõem a geometria do reforço, tais como forma, tamanho, distribuição, e orientação retratam os tipos de compósitos existentes. De fato, entre as subclassificações apresentadas, os Compósitos Reforçados com Fibras (CRFs) têm se destacado como modelo com grande relevância a diversas aplicações, como exemplo os SBMs (CALLISTER, 2016).

As fibras utilizadas como reforço em compósitos possuem características específicas relacionadas principalmente ao seu diâmetro. Fibras que apresentam menores espessuras normalmente possuem propriedades mecânicas mais elevadas quando comparadas as fibras mais espessas. Em outras palavras, fibras com menores diâmetros tendem a exibir menores índices de defeitos superficiais críticos do que outras com maiores dimensões. Logo, de acordo com o seu diâmetro e natureza, as fibras podem ser classificadas em whiskers, fibras ou arames (CALLISTER, 2016).

Em contrapartida, as matrizes podem ser resumidas em três funções principais. Primeiramente, a matriz serve como meio de transmissão e distribuição da tensão externa entre as fibras que reforçam o compósito. Em segundo plano, a matriz protege a superfície das fibras contra a corrosão e a abrasão mecânica oriundas do ambiente em que atuam. Por último, a matriz exerce o papel de barrar a propagação das trincas de uma fibra para outra. Quando se trata de CRF, é desejável que haja o menor efeito possível do arrancamento das fibras (*pullout*) na matriz. Assim, é necessário que exista uma grande ligação adesiva entre a fase contínua e descontínua (CALLISTER, 2016).

Os CRFs são caracterizados por suas excelentes relações entre a resistência mecânica e o módulo específico (KIM, 1998; MALLICK, 2007). Para isso, o tamanho da fibra é um fator essencial a esse compósito, inclusive sendo usado como uma característica de subclassificação, como discutido neste parágrafo. A análise do comprimento (l) da fibra permite verificar o tamanho ideal do filamento. Desta forma, após analisar o comprimento mínimo de fibra que proporcione um aumento efetivo na resistência e rigidez do CRFs, é dado a essa grandeza o nome de comprimento crítico (l_c). Além disso, estas informações são usadas para definir a subclassificação do CRF, podendo ser consideradas como contínuas ($l > l_c$) ou descontínuas ($l < l_c$). Por outro lado, a orientação das fibras completa a definição destes compósitos em reforçados com fibras alinhadas (fibras paralelas umas às outras em uma única direção), ou aleatórias (fibras desalinhadas, sem qualquer direção preferencial) (CALLISTER, 2016).

Os compósitos de matriz polimérica termofixa podem ser fabricados pelos seguintes processos: manual (*Hand Lay-up*), moldagem por spray (*Spray-up*), enrolamento de filamentos (*Filament Winding*), moldagem a vácuo, moldagem sob pressão (*Pressure-bag*), pultrusão, e moldagem por compressão (BLASS, 1988). A moldagem por compressão, entre todos os processos, possui uma metodologia relativamente simples, porém efetiva. Segundo Blass (1988), o processo de fabricação, na moldagem por compressão é baseado em dois

moldes do tipo macho-fêmea, onde tanto a fibra, quanto a matriz são distribuídas no interior do molde fêmea, e comprimidas por um agente externo, até a cura total da matriz.

Entre as desvantagens relacionadas ao emprego dos compósitos destaca-se o alto custo dos materiais, muitas vezes relacionado ao custo da matriz polimérica. Por exemplo, em coletes a prova de balas temos a Dyneema® e o Kevlar®, materiais poliméricos com excelentes propriedades, porém com baixa vida útil e extremamente caros. Em suma, os coletes de proteção individual que utilizam estes materiais sintéticos são trocados a cada cinco anos (ALSALLAL, 2018). Logo após, os coletes que extrapolam sua validade são inicialmente armazenados e em seguida incinerados, segundo o Art. 36º da Portaria nº 18, de 19 de dezembro de 2006 (BRASIL, 2006), não havendo um descarte ecológico a estes materiais considerados de uso bélico. Obviamente, o desenvolvimento de compósitos amigáveis ao ambiente é uma tendência que reaproveita resíduos rurais e industriais em novas aplicações (BROUTMAN, 1967). Neste contexto, os compósitos reforçados com fibras naturais lignocelulósicas supre os problemas relacionados tanto ao custo, quanto aos demais fatores como o tempo de vida útil e a viabilidade ecológica (ser ecologicamente amigável).

2.3.2 Compósitos reforçados com fibras naturais lignocelulósicas

As FNLs são fibras vegetais que surgem como uma alternativa sustentável às fibras sintéticas. Evidentemente, essas fibras despertaram grande interesse entre os pesquisadores. Inicialmente foram produzidos compósitos de matriz termofixa reforçados com fibras de juta na Índia (SHAH, 1981; MUKHERJEA, 1983; PAL, 1984; AR, 1985; CHAND, 1988; MOHANTY, 1995; LUZ, 2014). Possivelmente, tratando-se de uma resina termofixa, o epóxi ou o poliéster são as principais resinas utilizadas nestes compósitos. Os grupos reativos que os compõem quando combinados com as FNLs dão suporte a adesão entre a interface da fibra e da matriz (SAHEB, 1999).

Os compósitos reforçados com fibras naturais lignocelulósicas (CRFNL) estão diretamente relacionadas com as matrizes poliméricas (JOHN, 2008; SATYANARAYANA, 2009; MONTEIRO, 2009; ALVES, 2010; FARUK, 2012; MISHRA, 2013; RAGHAVENDRA, 2014). Entretanto, as FNLs muitas vezes são incompatíveis com matrizes

termoplásticas, pelo fato destes serem processados na faixa dos 200 °C, o que limita o uso das fibras naturais que possuem uma degradação térmica em torno de 225 °C (SAHEB, 1999).

De modo geral, a interface entre as FNLs (caráter hidrofílico) e a matriz polimérica (caráter hidrofóbico) não é compatível. Consequentemente, há transmissão dos esforços aplicados a esse compósito fica comprometida, reduzindo a propriedade mecânica do mesmo. Contudo, é possível contornar essa incompatibilidade interfacial através de tratamento superficial das fibras e o uso de agentes de compatibilização entre o polímero e a fibra (SAHEB, 1999). Ao contrário das matrizes termoplásticas, as termofixas tendem a dispersar as fibras com orientação bem definida. Quando associadas a um comprimento de fibra quinze vezes maior que o crítico ($l > 15 l_c$) estes CRFNL têm suas propriedades melhoradas. Dessa forma, o uso de tratamentos superficiais nas fibras e o uso de aditivos e agentes de acoplamento melhoram as propriedades e distribuição das fibras.

2.4 Fibras naturais lignocelulósicas

As fibras naturais são classificadas pela sua origem, podendo ser, animal, mineral ou vegetal. Entre as fibras naturais destacam-se as fibras vegetais devido a sua elevada importância econômica em projetos cuja relação entre propriedades mecânicas e densidade é essencial (MOHANTY, 2000; JOHN, 2008; THAKUR, 2014). Além do mais, as FNLs são sustentáveis e reforçam a economia de regiões desfavorecidas. Em termos de estrutura, este tipo de fibra natural pode ser comparado a um compósito formado por fibrilas de celulose (estrutura cristalina) embutida em uma matriz de lignina e hemicelulose (estrutura amorfa) (SAHEB, 1999; MOHANTY, 2000; JOHN, 2008; MONTEIRO, 2011; THAKUR, 2014). As fibras vegetais são dotadas em estrutura e propriedades por ricas proporções de celulose e lignina, também são conhecidas como fibras naturais lignocelulósicas (EICHHORN, 2001; JOHN, 2008; MONTEIRO, 2011).

As FNLs possuem em sua composição interna diferentes proporções, características a cada espécie, de celulose e lignina, (BLEDZKI, 1999; MONTEIRO, 2011). Contudo, existe uma faixa conhecida em seu conteúdo estrutural proporcional a maior parte destas fibras de 60 - 80% de celulose, 5 - 20% de lignina e cerca de 20% de umidade. Entre os componentes da FNLs, a celulose se destaca por ser responsável pela eficiência de reforço da fibra. Suas

fibrilas alinhadas ao longo da FNL concedem máxima resistência à tração e flexão, além de incrementar a rigidez da fibra (SAHEB, 1999; JOHN, 2008; MONTEIRO, 2011; THAKUR, 2014).

As FNLs são caracterizadas pelas seguintes estruturas, cutícula, parede primária, parede secundária e lúmen, assim ilustrado na FIG 2.5. A cutícula e a parede primária se formam por deposição durante o crescimento celular, enquanto a parede secundária e suas subdivisões, nomeadas como camadas externa, média (ou intermediária) e interna, mantêm as propriedades de flexibilidade e rigidez das fibras. Por último tem-se o lúmen responsável pela passagem de nutrientes. A FIG 2.5 (a) ilustra as estruturas físicas que compõem uma FNL. A camada intermediária é apontada como a responsável pelas propriedades mecânicas da fibra. A afirmação anterior é justificada pelas às moléculas de celulose advindas das microfibrilas celulares, enroladas de forma helicoidal, existentes nesta camada (JOHN, 2008; THAKUR, 2014). A FIG 2.5 (b) ilustra as principais estruturas químicas que compõem uma FNL.

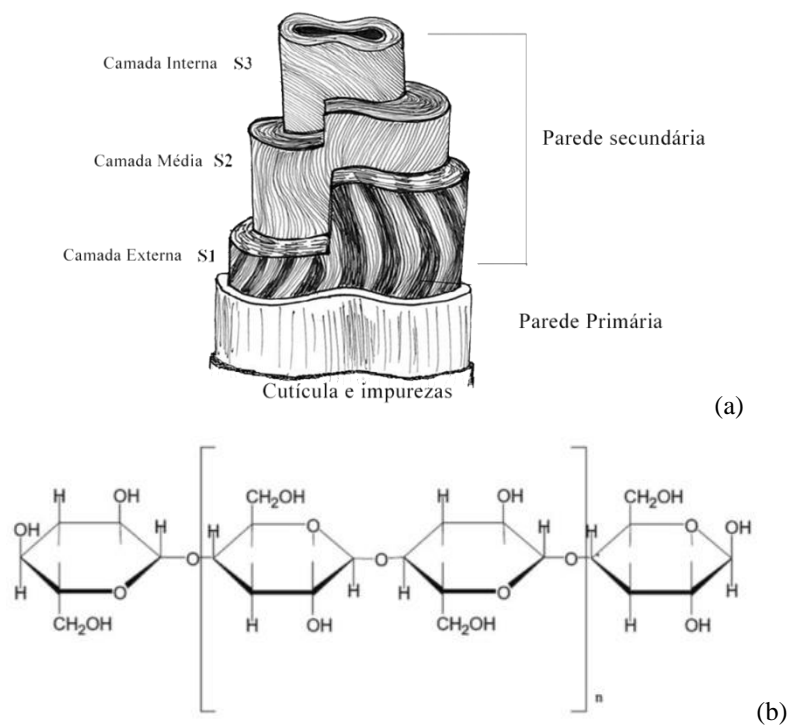


FIG 2.5 – Estruturas existentes nas FNLs; (a) Estrutura da fibra vegetal; (b) Estrutura química da celulose (adaptado de HAN & CHOI, 2010; JOHN & TOMAS, 2008).

As moléculas de celulose existentes na camada intermediária destas fibras, como ilustrado na FIG 2.5 (b), são formadas por unidades de D-anidro-glicose ($C_6H_{11}O_5$) unidas por ligações 1,4 – b – D - glicídicas. Em outras palavras, podemos considerar que a celulose é um polímero natural com grau de polimerização (GP), próximo a 10000. Contudo, a solubilidade

da celulose, possui alta resistência a álcalis fortes, média resistência a agentes oxidantes, e baixa resistência aos ácidos em açúcares solúveis em água (JOHN, 2008).

A lignina é um composto com natureza hidrofóbica que proporciona a rigidez às plantas. Este constituinte é considerado um polímero termoplástico complexo com constituintes aromáticos e alifáticos, e possui temperatura de fusão de 170 °C e temperatura de transição vítrea de cerca de 90 °C dentro das FNLs. Não é possível hidrolisar a lignina em ácidos, contudo, possui solubilidade em álcali quente, além de ser facilmente oxidado com fenol, e é sensível à radiação ultravioleta (BLEDZKI, 1999; SAHEB, 1999; MOHANTY, 2000; JOHN, 2008; MONTEIRO, 2011; THAKUR, 2014).

A hemicelulose, diferente do que seu nome sugere, não possui semelhanças com a celulose. Formada por um grupo de polissacarídeos compostos, existem três aspectos principais que os diferem. O primeiro aspecto é a quantidade de diferentes unidades de açúcares, o segundo é sua origem amorfa causada pelas ramificações das cadeias de grupos laterais, e em terceiro lugar, temos o GP de 10 a 100 vezes menor quando comparada a celulose nativa. Enfim, a função de suporte das microfibrilas de celulose é efetuada pela matriz de hemicelulose, componente solúvel em álcali, facilmente hidrolisada em ácidos e de natureza extremamente hidrofílica (JOHN, 2008).

2.4.1 Propriedades relacionadas às FNLs.

O principal problema relacionado às FNLs está na perda de suas propriedades mecânicas. Sua microestrutura possui inúmeros vazios e constituintes hidrofílicos que atenuam a alta absorção de umidade, diminuindo a estabilidade dimensional, facilitando a atividade microbiana e a suscetibilidade ao apodrecimento. Portanto, a logística de transporte, armazenamento, e processamento envolvendo as FNLs deve ser bastante criteriosa.

Quando comparadas com as fibras sintéticas (FS), as FNLs apresentam certas vantagens. Através de menores valores de densidade, maior flexibilidade e baixos índices de abrasivos aos equipamentos de fabricação, as FNLs trazem propriedades significativas para a produção em série de compósitos. Todavia, ao analisar o custo de fabricação contra as propriedades obtidas, as FNLs se destacam por conservar um baixíssimo gasto energético de produção e custo financeiro bastante inferior ao das fibras sintéticas (MONTEIRO, 2011).

A TAB. 2.2, foi adaptada a partir do artigo de revisão feito por Mohanty *et al.* (2000) e compara os resultados das propriedades obtidas pelas fibras naturais e sintéticas, quanto à densidade, diâmetro das fibras, resistência à tração, módulo de Young e alongamento.

TAB. 2.2 – Propriedades mecânicas de algumas fibras naturais e sintéticas (MOHANTY *et al.*, 2000).

Fibra	Densidade (g/cm³)	Diâmetro (µm)	Resistência à Tração (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento (%)
Algodão	1,5 – 1,6	-	287 - 800	5,5 – 12,6	7 - 8
Juta	1,3 – 1,45	25 - 200	393 - 773	13 – 26,5	1,16 – 1,5
Linho	1,5	-	345 - 1100	27,6	2,7 – 3,2
Cânhamo	-	-	690	-	1,6
Ramie	1,5	-	400 - 938	61,4 - 128	1,2 – 3,8
Sisal	1,45	50 - 200	468 - 640	9,4 – 22,0	3 – 7
PALF	-	20 - 80	413 - 1627	34,5 – 82,51	1,6
Fibra de Cocô	1,15	100 - 450	131 - 175	4 - 6	15 - 40
E-glass	2,5	-	2000-3500	70	2,5
S-glass	2,5	-	4570	86	2,8

De acordo com as propriedades mostradas na TAB. 2.2, as FNLs possuem melhores resultados de densidade, módulo de elasticidade e alongamento quando comparadas com as FS. Além disso, os resultados de resistência à tração, encontrados nas fibras naturais indicam uma boa eficiência mecânica a várias aplicações comuns às FS. Comumente, as distintas propriedades mecânicas dessas fibras estão associadas aos parâmetros derivados de sua composição química e morfológica. Os aspectos centrais, individuais a cada fibra, a serem analisados são: a razão entre a celulose e a lignina/hemicelulose, conhecido como Índice de Cristalinidade (IC), a inclinação formada entre o eixo da fibra e as microfibrilas que a rodeiam, conhecida como Ângulo Microfibrilar (AMF) (SATYANARAYANA 1986; JOHN, 2008).

Outro aspecto que deve ser explorado na pesquisa sobre fibras é a homogeneidade de propriedades. As fibras sintéticas são planejadas, o que confere a elas propriedades uniformes

ao longo de sua estrutura. As fibras naturais, ao contrário das sintéticas, possuem dimensões limitadas e são microestruturalmente heterogêneas, o que provoca na estrutura uma heterogeneidade de propriedades. Sendo assim, fatores como origem, plantio, qualidade da planta, idade e condicionamento da planta afetam diretamente nas propriedades finais, e até mesmo em fibras da mesma espécie (MOHANTY, 2000; FARUK 2012).

2.5 Fibras de guarumã

As fibras de guarumã, assim como as de Miriti e Tucumã, são comumente encontradas na beira dos rios na região amazônica, em especial, no estado do Pará, local onde são extraídas e usadas como matéria-prima para artesanatos (SANTOS *et al.*, 2005). Na América do Sul, a Amazônia é conhecida por sua abundância de espécimes vegetais próprias, usadas como alimentos, remédios, madeira e fibras (PINHEIRO, 2018). No caso do Guarumã, essa espécie está intimamente envolvida com os caboclos ribeirinhos e com a cultura de inúmeras tribos indígenas que utilizam esta fibra em um modelo de artesanato, chamado trançado de palha, muito popular na região paraense (SANTOS *et al.*, 2005; COSTA, 2014).

Cientificamente conhecida como *Ischnosiphon Koern*, a planta de Guarumã, FIG.2.6(a), nomeada como arumã ou ainda guarumã (OLIVEIRA, 2006), é uma erva da família das marantáceas, tipicamente encontrada em regiões alagadas de várzea, nas margens dos rios (VALENTE, 2001).

De acordo com a Secretaria Especial de Trabalho e Promoção Social do Estado (SETEPS), o município de Barcarena (PA), precisamente na comunidade de Utinga-Açu, é o principal pólo de produção artesanal advindo das fibras de Guarumã, FIG.2.6(b). A extração das fibras é realizada através do beneficiamento de sua tala de Guarumã resultando em filamentos flexíveis, duráveis e visualmente dotadas por uma coloração dourada (SANTOS *et al.*, 2005).

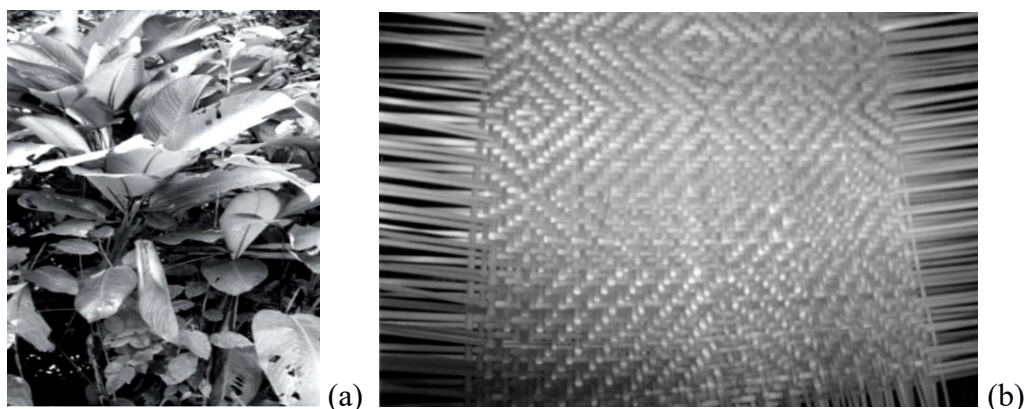


FIG 2.6 – Guarumã; (a) na forma de planta; e (b) como artesanato (SANTOS *et al.*, 2005).

A utilização dessa matéria-prima como artesanato é muita das vezes, a principal atividade econômica das comunidades ribeirinhas que as cercam. Assim como em outros produtos não lenhosos usados na confecção de artesanatos, há sempre a intenção de transformar esses materiais em mercadorias com maior valor agregado (SANTOS *et al.*, 2005). Pesquisas com o propósito de formular novos produtos a partir do Guarumã atendem não somente a inovação tecnológica do país, mas também as demandas regionais da população que se sustentam do comércio dessa fibra.

Alguns trabalhos recentes vêm buscando averiguar as propriedades que envolvem as fibras de Guarumã. Reis *et al.* (2019), relatou em seu trabalho sobre as características químicas e morfológicas destas fibras. Costa (2014) ensaiou as fibras de Guarumã quanto a sua resistência à tração e absorção de água. Outros autores como Pinheiro *et al.* (2018), no que lhe concerne, analisaram as propriedades mecânicas e estruturais do reforço destas fibras em compósitos de matriz epoxídica. Entretanto, ainda há muitas lacunas a serem preenchidas sobre as propriedades mecânicas, químicas, térmicas e morfológicas desta fibra, tanto isoladamente quanto como reforço em compósitos.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão tratados os materiais e métodos empregados para conclusão desta dissertação. A FIG. 3.1 apresenta o fluxograma de execução dividido em três etapas: caracterização da fibra, caracterização do compósito e avaliação balística. Além disso, no final deste capítulo estão descritos as técnicas estatísticas utilizadas na interpretação de alguns dos ensaios, tais como, os ensaios de tração das fibras e dos compósitos, assim como os ensaios balísticos.

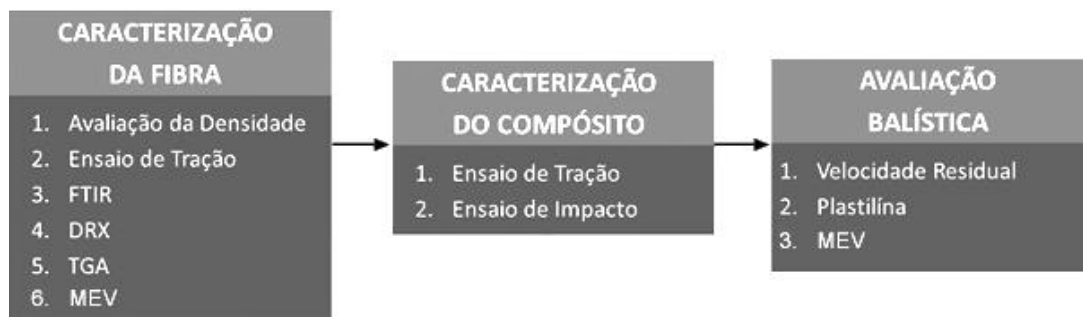


FIG 3.1 – Fluxograma das atividades de pesquisa

3.1 Caracterização da fibra

As fibras de Guarumã foram obtidas através da Universidade Federal do Pará (UFPA) e recebidas na forma de caule pelo Instituto Militar de Engenharia (IME). Portanto, as amostras foram submetidas a um processo de extração das fibras, definido em três etapas: hidratação, extração manual e secagem.

A técnica de hidratação é essencial para a retirada das fibras. A água absorvida traz aos filamentos, flexibilidade e resistência necessárias a extração das fibras. A FIG.3.2 mostra separadamente os processos de hidratação, extração e secagem. No processo de hidratação, FIG.3.2 (a), o caule de Guarumã fica submerso em água durante 5 minutos. Logo após, com o auxílio de uma pinça metálica e um estilete retiram-se os filamentos da fibra, FIG.3.2 (b), partindo do interior da haste até seu exterior. Por fim, as fibras extraídas, FIG.3.2 (c), são

levadas a uma estufa microprocessada de secagem Quimis Q317M-22, e lá permanecem durante 24 horas a 80° C.

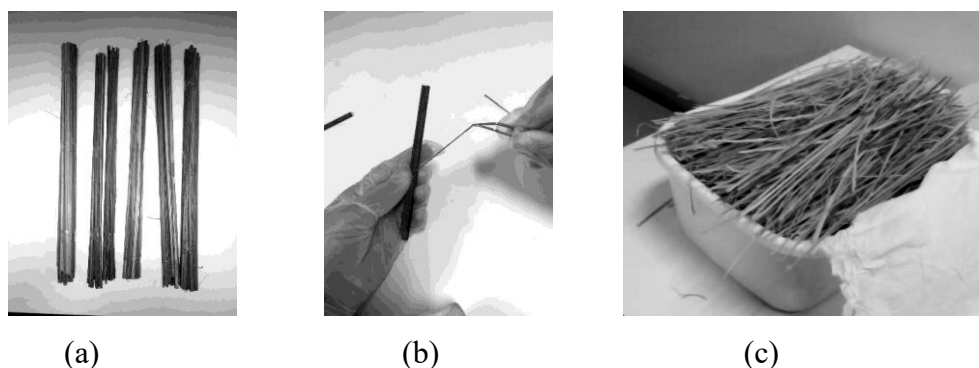


FIG 3.2 – Processo de extração das fibras de Guarumã; (a) Hidratação das fibras; (b) Extração das fibras; (c) Fibras de Guarumã após secagem.

Para avaliar a densidade das fibras de Guarumã foram realizadas três análises: Cálculo Linear pelo Diâmetro das Fibras (CLDF), avaliação pelo princípio de Arquimedes e picnometria de gás hélio (D30, 1990; TRUONG, 2009; D3800-99, 2010).

Através de um campo amostral de 100 filamentos o CLDF foi realizado considerando seções transversais com formas retangulares, cilíndricas e elipsoidais. Inicialmente, mensurou-se o diâmetro de cada fibra em cinco diferentes pontos em dois ângulos, 0° e 90°. O equipamento utilizado foi um microscópio óptico com câmera digital embutida, pertencente ao laboratório de metalografia do IME.

Em seguida, as fibras foram levadas a estufa durante 24 h e pesadas em uma balança eletrônica Gehaka BK300 com quatro casas decimais de precisão. Enfim, os comprimentos das fibras foram mensurados através de uma régua reta de precisão.

Posteriormente, os dados foram tratados em uma planilha eletrônica para calcular CLDF, ρ_{CLDF} , pela EQ. 3.1 considerando, m a massa da fibra, l o comprimento da fibra, ϕ_1 o diâmetro médio a 0° e ϕ_2 o diâmetro médio a 90°.

$$\rho_{CLDF} = \frac{4m}{\pi\phi_1\phi_2l} \quad (\text{EQ. 3.1})$$

De modo similar, a avaliação da densidade pelo princípio de Arquimedes foi realizada em outras oito amostras contendo um feixe com fibras de Guarumã. Os feixes foram organizados selecionando de 7 a 10 fibras ocupando o menor espaço possível e levadas a estufa durante 24 horas a 80° C até o ensaio. Seguindo a norma ASTM D3800-99 (2010), o ensaio foi submetido tanto em água, quanto em etanol e óleo vegetal, porém em ambos os casos as amostras não submergiram. Portanto, utilizou-se a gasolina como líquido com densidade próxima de 0,72

g/cm³ a 20 °C e a relação matemática demonstrada na EQ. 3.2 entre as massas e a densidade do líquido.

$$\rho_{ARQ} = \frac{(M_3 - M_1)\rho_l}{(M_3 - M_1) - (M_4 - M_2)} \quad (\text{EQ. 3.2})$$

Onde, ρ_{ARQ} é a massa específica de fibra, ρ_l é a massa específica do líquido, M_1 é o peso do fio suspenso no ar, M_2 representa o peso da imersão em suspensão do fio, M_3 é o peso do fio de suspensão mais a fibra e M_4 peso de fio de suspensão mais a imersão de fibra em líquido (TRUONG, 2009).

A análise de picnometria foi realizada em parceria com o Instituto de Pesquisa da Marinha (IPqM) em um equipamento da Micromeritics AccuPyc 1330. Para isso, as amostras foram separadas em três condições: filamentos internos, intermediários e externos. Então, as fibras extraídas foram cortadas em filamentos com cerca de 2 a 3 cm e secas em estufa a 80° C por 24 h. Em seguida, as fibras foram pesadas por uma balança digital Mettler AE200 com quatro casas decimais de precisão e levadas ao picnometro para análise. O resultado de densidade “ ρ_{PIC} ” é calculado através da razão entre a massa fornecida “ m ” e o volume estimado pelo picnômetro “ v ”, assim como mostrado pela EQ. 3.3.

$$\rho_{PIC} = \frac{m}{v} \quad (\text{EQ. 3.3})$$

O ensaio de tração das fibras de Guarumã foi realizado em parceria com o Laboratório de Ensaio Não Destrutivo, Soldagem e Corrosão (LNDC) da UFRJ em um equipamento INSTRON 2310 com 10 kN de célula de carga em uma taxa de tração de 2 mm/min. Entretanto, a área de cada fibra foi mensurada no Laboratório de Metalografia do IME.

O ensaio de tração das fibras isoladas foi adaptado de acordo com orientações da norma ASTM C1557 (2014). Inicialmente, os diâmetros médios das fibras foram mensurados pelo mesmo método usado para a avaliação da densidade CLDF. Logo após, as fibras foram numeradas relacionando o valor de seus diâmetros. Posteriormente, foram confeccionadas as molduras com papel do tipo gofrata de gramatura média (180 g/m³) uma geometria retangular tanto externamente quanto internamente (FIG. 3.3), já as medidas das molduras estão descritas na FIG.3.3 (a). Por fim, as amostras de fibra foram coladas com o auxílio de uma cola instantânea e presas entre duas molduras, FIG. 3.3 (b). Um total de 55 amostras foi ensaiado.

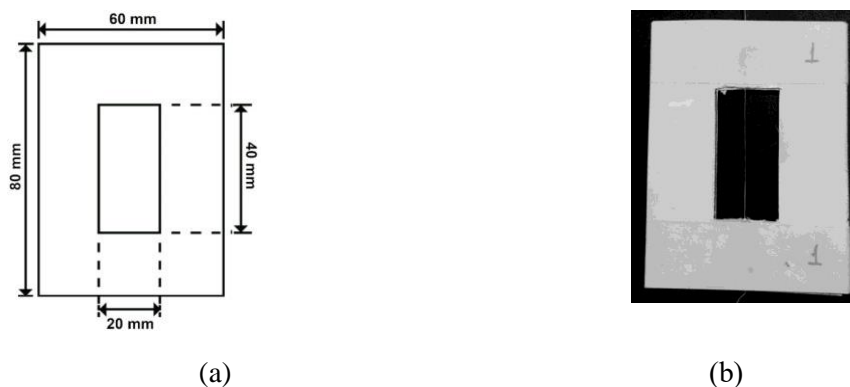


FIG. 3.3 – Amostras de ensaio a tração das fibras isoladas; (a) ilustração esquemática com as dimensões de amostra; (b) aspecto final da amostra.

A análise da Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) foi realizada pelo Departamento de Engenharia Química do IME. As fibras foram trituradas na condição mais próxima do pó para então serem fornecidas para o ensaio. Em seguida, os resultados foram tratados computacionalmente com auxílio do programa Origin Pro, gerando um gráfico da porcentagem de transmitância (%) pelo número de banda (cm^{-1}). Por fim, as bandas que se destacaram foram analisadas através da correlação entre as ligações químicas da fibra natural e o número de banda apresentadas pela TAB. 3.1 (MONTEIRO, 2014).

TAB. 3.1 – Bandas de adsorção no FTIR de lignina (REIS *et al.*, 2019).

Posição (cm^{-1})	Origem da Banda
3450-3400	Ligações O – H.
3050-2840	Ligações C – H (alifático + aromático).
1740-1710	Ligações de C = O (cetona não conjugada, éster ou grupos carboxílicos).
1675-1660	Ligações C = O em conjugação ao anel aromático.
1605-1600	Vibrações de anéis aromáticos.
1515-1505	Vibrações de anéis aromáticos.
1470-1460	Deformações C – H.
1430-1425	Vibrações de anéis aromáticos.
1370-1365	Deformações C – H.
1330-1325	Aspirando a anéis de siringil.
1275-1270	Aspirando a anéis de Guaiacyl.
1230-1220	Ligações C – C, C – O.
1172	Ligações C – O de grupos éster conjugados em ligninas de gramíneas.
1085-1030	Deformações C – H, C – O.
835	C – H fora do plano em unidades de p-hidroxifenil.

A análise por difração de raios X (DRX) foi realizada pelo Laboratório de Cristalografia do Departamento de Ciência dos Materiais do IME. O equipamento usado foi o XPert Pro MRD System com radiação de Cobalto (1,789 Å) da PANalytics com um intervalo do ângulo de difração de 10° a 60°. Através dos dados obtidos retirou-se o perfil de difração, o índice de cristalinidade (IC) e o ângulo microfibrilar das fibras (AMF) de Guarumã.

As amostras preparadas das fibras de Guarumã foram cortadas longitudinalmente, dividindo a fibra em duas partes com o seu interior exposto para análise. Para realizar o ensaio, amostras da fibra com 3 cm de comprimento foram fixadas paralelamente no porta amostra do equipamento até obter a largura de 2,5 cm. Por sua vez, o perfil de difração foi obtido através do tratamento computacional dos dados analisados pelo programa Origin Pro, seguidos pela indexação dos picos através da ficha de número 00-056-1718 (Celulose beta) e o software Highscore Plus.

Para calcular o IC foi usado o método descrito por Segal *et al.* (1959). Com este intuito, as intensidades máximas dos picos associados às fases amorfas (101) e cristalinas (002) das fibras foram coletadas e calculadas pela EQ. 3.4 (SEGAL, 1959; MWAIKAMBO, 2002; PARIKH, 2007).

$$IC = \frac{(I_{002} - I_{101})}{I_{002}} \times 100 \quad (\text{EQ. 3.4})$$

Por outro lado, para calcular o AMF, os dados fornecidos pela difração de DRX foram analisados seguindo a metodologia descrita por Cave (1966) e outros (YAMAMOTO, 1993; DONALDSON, 2008) e replicado a análise com amostras em pó, caule e fibra. O valor do AMF é obtido através da relação entre três curvas produzidas a partir do pico [002]: a curva de Gauss, a derivada de primeira ordem da curva de Gauss e a derivada de segunda ordem da curva de Gauss. Primeiramente, através do software Origin Pro retirou-se a linha de base do difratograma e isolou-se o pico [002] dos demais picos. Logo após, calculou-se a curva gaussiana do pico [002] e a partir dela gerou-se outras duas curvas relacionadas a sua primeira e segunda derivada. Em seguida, através da análise das curvas foi obtido o parâmetro “T” necessário a EQ. 3.5 para o cálculo do AMF (SOUSA, 2017; ÖZPARPUCU, 2019; KRETSCHMANN, 1998).

$$AMF = -12,198 T^3 + 113,67 T^2 - 348,4 T + 358,09 \quad (\text{EQ. 3.5})$$

Em parceria com o Instituto de Macromoléculas (IMA) da UFRJ, foram determinados os

teores de cada microconstituente da fibra, lignina, hemicelulose, celulose e extrativos. Com esse objetivo, cerca de 13 gramas de Guarumã foram entregues ao IMA, sendo analisadas em triplicatas seguindo os métodos: TAPPI - T264 om-82 (1996), ASTM E1721-01(2001) e ABTCP - M3/69 (1974). Dessa maneira, após as amostras serem moídas em um moinho de facas, quantidades adequadas de fibra foram separadas para a determinação sequencial dos teores de extrativos (extração por Soxhlet), lignina (determinação de lignina de Klason,) e celulose (determinação de celulose pela oxidação da lignina em um meio ácido, principalmente pela reação entre clorito de sódio e ácido acético a quente.). A hemicelulose, diferente dos demais, é definida pela porcentagem residual entre os demais componentes.

A análise de termogravimetria (TGA) foi realizada no Instituto de Pesquisa da Marinha (IPqM) em um equipamento da TA Instruments Systems TGAQ500 com amostras trituradas das fibras de Guarumã. Foi adotada para a análise uma rampa de aquecimento controlada partindo da temperatura ambiente até 650° C com taxa de aquecimento em 10° C/min. Além disso, a atmosfera de nitrogênio e oxigênio foi mantida durante todo o ensaio.

As micrografias foram realizadas no Departamento de Ciência dos materiais do IME através de um Microscópio Eletrônico de Varredura por feixe de elétrons (MEV-FEG), modelo FEI Quanta 250 FEG-SEM. Primeiramente, a morfologia da fibra foi estudada por fotomicrografias da sua superfície longitudinal e transversal. Assim sendo, os corpos de prova analisados transversalmente foram fraturados criogenicamente no Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), após serem submersos, durante 25 min, em nitrogênio líquido. As amostras foram fixadas com fitas de carbono nos stubs metálicos, e recobertas com ouro.

3.2 Caracterização mecânica dos compósitos reforçados por fibra de guarumã

As siglas utilizadas para os compósitos reforçados com fibra de guarumã estão descritas na TAB. 3.2.

TAB. 3.2 – Siglas utilizadas para os compósitos reforçados com fibra de guarumã.

Siglas	Significado
EG10	epóxi/guarumã - 10%
EG20	epóxi/guarumã - 20%
EG30	epóxi/guarumã - 30%
EG30/ALI	epóxi/guarumã - 30% (fibras alinhadas)
EG30/ALE	epóxi/guarumã - 30% (fibras aleatórias)
EG30/BID	epóxi/guarumã - 30% (fibras bidirecionais – 0°/90°)

Todos os compósitos foram moldados a frio por compressão (BLASS, 1988), auxiliados por três peças de aço. As FIG 3.4 (a), (b) e (c) representam os moldes usados como camisa flutuante, pulsão superior e pulsão inferior durante a moldagem, dividida entre figura real e figura esquemática.

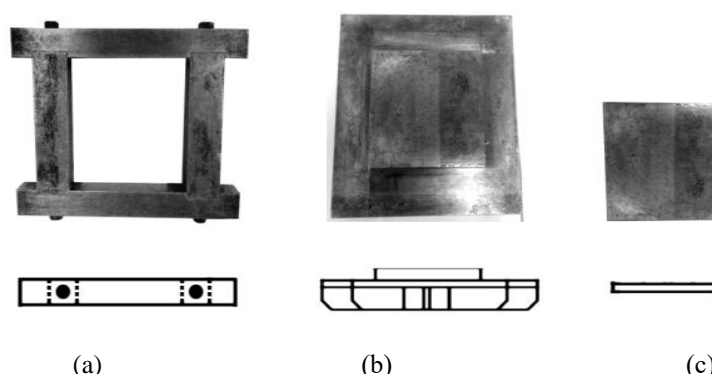


FIG. 3.4 – Moldes de prensagem dos corpos de prova; (a) Camisa flutuante; (b) Punção superior e (c) Punção inferior para a prensagem dos compósitos.

Primeiramente, as superfícies internas dos três moldes receberam uma camada de graxa de silicone modelo EX300 da Epoxyfiber, FIG. 4.5 (a), com o objetivo de melhorar o desmolde da placa. Em seguida, os insumos foram pesados em relação as suas razões mássicas de fibra e líquido resina/catalisador. Necessariamente, foram projetados compósitos a base de resina epóxi do tipo éter diglicídico do bisfenol-A (DGEBA) juntamente com o catalisador trietileno tetramina (TETA), ambos comercialmente disponíveis no Brasil. Logo após, a camisa flutuante foi preenchida pelo punção inferior, seguida pela deposição intercalada das porções de mistura líquida (DGEBA/TETA) e fibras de Guarumã, FIG.3.5(b). Adiante, com auxílio da prensa hidráulica modelo semi-automática NOWAK do Laboratório de Compósitos e Fibras Naturais (LCFN), encaixou-se o punção superior sobre as demais

peças, e posteriormente foi aplicada uma pré-carga aproximada de três toneladas durante um minuto, seguida pela carga final de cinco toneladas durante 24 h (FIG.3.5(c)). Por fim, os compósitos foram desmoldados da matriz, FIG.3.5(d).

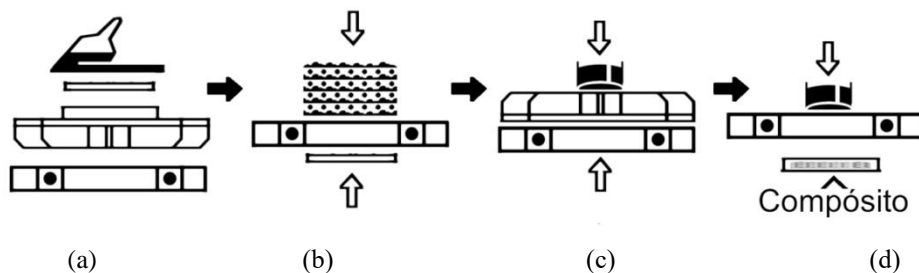


FIG 3.5 – Processo detalhado de prensagem dos corpos de prova; (a) Preparação dos moldes de prensagem com graxa de silicone; e (b) Deposição intercalada de matriz e reforço; (c) Prensagem dos corpos de prova; (d) Desmoldagem dos compósitos pós-cura.

São necessários dois moldes, usinados em aço, para a prensagem dos insumos. O primeiro molde é destinado à fabricação da placa de compósito e possui geometria retangular (FIG. 3.4). O segundo molde é destinado à fabricação da pastilha cerâmica e possui geometria hexagonal (FIG 3.6). Ambos os moldes possuem dois componentes, punção e camisa. Os moldes são produzidos sob medida em oficina mecânica especializada, encontrada em qualquer grande cidade do país.



FIG 3.6 – Punção e camisa para a prensagem dos cerâmicos.

Observa-se que, durante a etapa de preparação os insumos foram medidos na balança eletrônica Bioprecisa modelo FA2104N com precisão de 4 casas decimais. Já o acabamento usou a serra de fita Makita LB1200F para redimensionar os corpos de prova, de acordo com as normas dos ensaios de tração ASTM D3039/D3039M17 (2017) e impacto ASTM D6110 (2010).

Baseado na norma ASTM D3039/D3039M17 (2017) confeccionaram-se as amostras de tração. Foram confeccionadas amostras com teores de 10, 20 e 30% em volume de fibras. Após a cura dos compósitos, os CPs foram serrados em 12 mm de largura, 120 mm de comprimento e 2 mm de espessura, medidas adaptadas da norma (ASTM D3039, 2017). A FIG. 3.7 ilustra o esquema de medidas sugerido pela norma ASTM D3039 (2017).

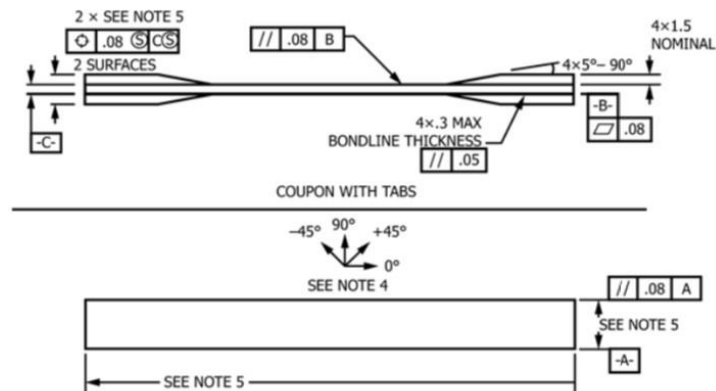


FIG. 3.7 – Modelo esquemático do corpo de prova específico para tração dos compósitos reforçados com fibras (ASTM D3039, 2017).

O ensaio de impacto IZOD foi realizado no LCFN do IME na máquina de impacto modelo IT542 da Tinius Olsen. Similar ao ensaio de tração, os CPs de 10, 20 e 30% em volume de fibras foram dimensionadas com base em sua ASTM D256-10 (2018). A FIG. 3.8 apresenta inicialmente a geometria do CP, e ao lado, esta à legenda de suas medidas. Além disso, adotou-se pela norma a nomenclatura referente ao tipo de fratura ocorrida após o ensaio.

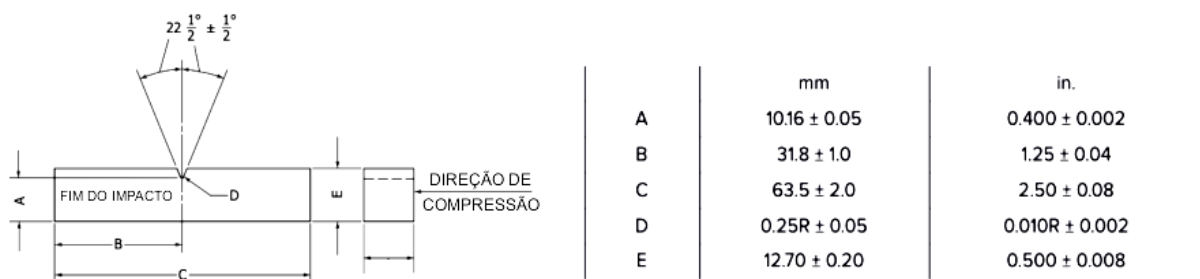


FIG. 3.8 – Modelo esquemático do corpo de prova para o ensaio de impacto IZOD. FONTE: Imagem adaptada da norma ASTM D256-10 (2018).

3.3 Caracterização da blindagem multicamada

A blindagem multicamada foi caracterizada por ensaios balísticos que verificam a capacidade de absorção de energia cinética de um corpo. No presente trabalho foi feita a avaliação do comportamento balístico tanto da blindagem multicamada, FIG. 3.9, quanto da placa compósita isolada (velocidade residual) a fim de avaliar a energia cinética absorvida apenas pelo compósito epóxi-Guarumã, através da sua velocidade residual. Avaliou-se também o nível da proteção balística alcançada, através da análise da profundidade de deformação provocada na plastilina pelo disparo.



FIG. 3.9 – Amostra do sistema de blindagem multicamadas antes do ensaio de indentação na plastilina.

Optou-se em unir o sistema por uma fina camada de cola rápida da marca ULTRAFLEX. Como terceira camada, o metal dúctil foi substituído pelo tecido de Kevlar®, cedido pelo Laboratório de Compósitos e Fibras Naturais do IME. Um total de 14 camadas de tecido, mesma quantidade existente nos coletes de nível III-A, foram preparadas de modo a simular as reais condições de uso das placas balísticas. A segunda camada foi avaliada estruturalmente sob a plastilina mudando a configuração do reforço em fibras alinhadas, intercaladas em 0° e 90° . O volume de fibras utilizados nestes compósitos foi de 30%. Por fim, as pastilhas cerâmicas da primeira camada, ambas, tiveram o mesmo processo de fabricação, explicado mais a frente no texto.

Como dito, a fabricação dos compósitos consistiu em intercalar quatro porções retangulares de fibras de Guarumã (FIG. 3.10), com as mesmas dimensões internas do molde, dependendo do tipo de configuração da fibra e intercalando em proporção estequiométrica as porções de fibra e epoxy/endurecedor.

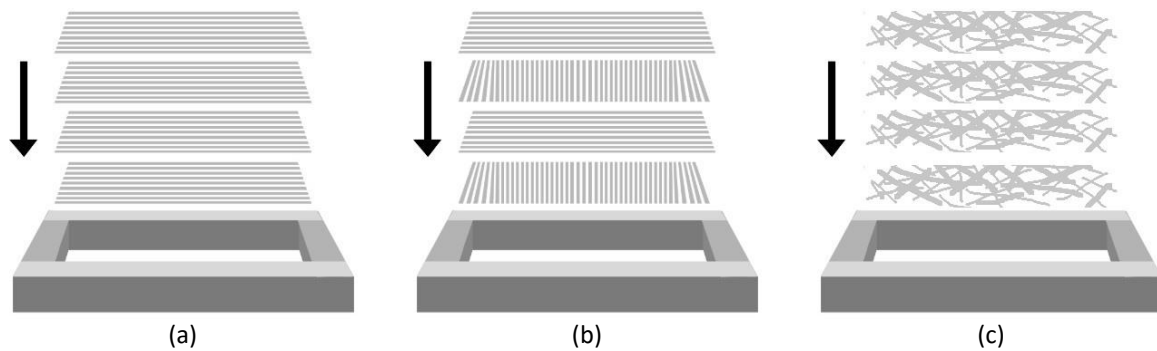


FIG. 3.10 – Método de deposição das fibras no molde. (a) Alinhado; (b) Bidirecional em 0° e 90°; e (c) Aleatório.

Assim como descrito na seção 3.2, após o preenchimento do molde com as fibras de Guarumã intercalado com mistura líquida epóxi/endurecedor, é colocada a tampa do molde. O molde preenchido é fechado, e então levado a uma prensa hidráulica. O molde instalado na prensa é então submetido a uma pré-carga de três toneladas durante um minuto, seguida por uma carga final de cinco toneladas durante 24 horas. A pressão aplicada melhora o escoamento da matriz sobre as fibras de Guarumã.

O molde preenchido e submetido à carga descrita permanece por 24 h à temperatura ambiente, o que permite endurecimento da resina epóxi pela ação do catalisador. O desmolde foi realizado pela força inversa da prensa hidráulica sobre pulsão inferior da placa. Em seguida, as placas passaram pela etapa de acabamento final.

Por outro lado, o processamento das pastilhas cerâmicas foi executado no laboratório de cerâmica do IME em quatro etapas, sendo elas: (I) homogeneização dos pós, (II) desaglomeração, (III) prensagem e (VI) sinterização. Os equipamentos usados foram à balança de precisão GEHAKA modelo BK300, moinho com bolas modelo MA 500, estufa de secagem ELKA, agitador de peneiras empilhadas da marca GF modelo TWB, prensa manual SKAY e forno de aquecimento modelo FE-1700 da INTI.

A etapa de homogeneização foi constituída pela mistura dos insumos. O ligante orgânico de polietileno (PEG) foi fornecido pela Vetec Química Fina LTDA. A alumina (Al_2O_3) foi disponibilizada pela empresa Treibacher Schleifmittel Brasil Ltda. A nióbia (Nb_2O_5) utilizada como aditivo na alumina foi concedido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM). Os componentes foram preparados nas seguintes proporções de pós: alumina (700 g, 94,5%p), nióbia (29,15 g, 3,94%p), PEG (11,3 g, 1,53%p - preaquecido a 70° C) e água ionizada. Posteriormente, a mistura foi agitada em um moinho com bolas de alumina durante 8 h e seca na estufa por 48 h a 70° C.

Logo após, a massa resultante passou pelo processo de desaglomeração do pó. Através de um almofariz com pistilo, a massa seca foi macerada e seguidamente peneirada até a abertura 0,355 mm. Os pós foram separados em quantidades de 100 g para serem prensados a frio, em uma matriz hexagonal, com carga inicial de 5 toneladas, durante 1 min, seguida por 12 toneladas (60 MPa) de carga final, durante 2 min. As amostras após esse processo são chamadas de "corpos verdes", pois, apesar de tomarem a forma final da pastilha ainda são frágeis, sendo necessário que sejam sinterizados para obterem suas propriedades finais.

A sinterização dos corpos verdes foi definida com embasamento na literatura (GOMES, 2004; TRINDADE, 2012; CHAGAS, 2014; LUZ, 2014; NASCIMENTO, 2017). Esse procedimento deve ser definido por ciclos térmicos que são a base para a programação do forno de sinterização.

As pastilhas cerâmicas (corpos verdes) foram sinterizadas no forno INTI, modelo FE 1700. A rota de sinterização é especificada abaixo e já foi utilizada por outros autores (TRINDADE, 2012; BRAGA, 2015; DA CRUZ, 2015; ASSIS, 2016):

- (1) Aquecimento de 25°C até 158°C, com taxa de 1°C/min;
- (2) Patamar em 158°C por 1h;
- (3) Aquecimento de 158°C até 375°C, com taxa de 1°C/min;
- (4) Aquecimento de 375°C até 1000°C, com taxa de 8°C/min;
- (5) Aquecimento de 1000°C até 1400°C a uma taxa de 5°C/min;
- (6) Patamar de sinterização a 1400°C por 3h, e resfriamento no forno.

As três primeiras etapas dessa rota são responsáveis pela eliminação do ligante orgânico, sendo assim, a composição do material passou a ser: 96% de alumina e 4% de nióbia. As pastilhas cerâmicas pós-sinterização foram coladas na superfície do compósito. A FIG.3.11 ilustra as pastilhas cerâmicas pós-sinterização.



FIG. 3.11 – Pastilhas cerâmicas ($\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Nb}_2\text{O}_3$) após a sinterização.

Os ensaios de deformação na plastilina foram realizados na unidade do Centro de Avaliações do Exército (CAEx) que fica localizada na península de Marambaia no Rio de Janeiro. Obedecendo à norma NIJ 0101.06 (2008), foram utilizados projéteis com calibre 7,62 x 51 mm. Logo, três CPs de cada grupo de amostras (alinhada, intercalada e aleatória) foram ensaiadas no CAEx avaliando a integridade estrutural do compósito e a profundidade impressa na plastilina após o impacto. Uma ilustração esquemática pode ser vista na FIG. 3.12. Além disso, com o auxílio do radar Doppler modelo Weibel - SL520P capturaram-se as velocidades dos projéteis, antes e após o impacto. A NIJ 0101-06 (2008) considera que amostras com endentações maiores que 44 mm sejam reprovadas por falha crítica, sendo sugerido utilizar materiais que simulem a consistência média à do corpo humano, como a massa de modelar CORFIX (plastilina) com densidade aproximada de $1,7 \text{ g/cm}^3$.

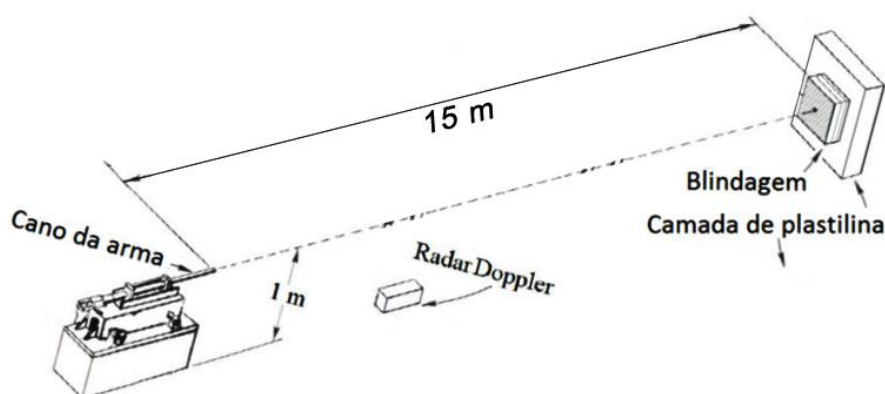


FIG. 3.12 – Modelo esquemático da plataforma de ensaio balístico no SBM.

A velocidade residual dos compósitos foi realizada no Laboratório de Física do IME. O equipamento utilizado foi um rifle de pressão Gunpower SSS com um supressor de ruído, preparado para projéteis do calibre 22 com massa estimada de 3,3 g. Com dois cronógrafos balísticos, um Air Chrony modelo MK3, com precisão de 0,15 m/s, mediu-se a velocidade do impacto, e outro cronógrafo balístico ProChrono modelo Pal, com precisão de 0,31 m/s, mediu-se a velocidade residual do projétil. A FIG. 3.13 mostra esquematicamente a linha de tiro e a configuração de cada equipamento.

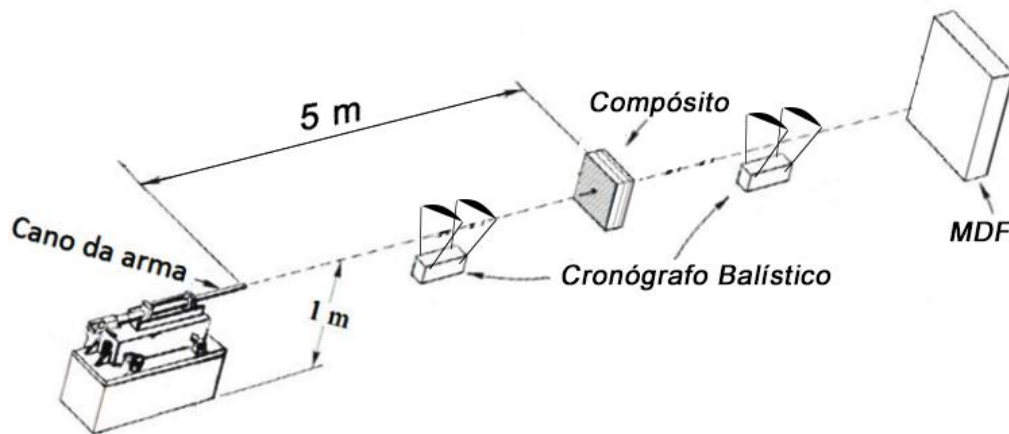


FIG. 3.13 – Modelo esquemático da plataforma de ensaio balístico de velocidade residual.

O cálculo da energia absorvida foi estimado pela EQ. 3.6 (MORYE *et al.*, 2000), sendo, (V_i) a velocidade de disparo, ou energia cinética de impacto, (V_r) a velocidade residual pós-impacto, ou energia cinética residual, e (m) a massa do projétil.

$$E_{abs} = \frac{1}{2}m(V_i^2 - V_r^2) \quad (\text{EQ. 3.6})$$

Baseado em Morye *et al.* (2000) estimou-se a V_L (EQ. 3.7) do material, ou seja, a maior velocidade de disparo no qual o compósito resiste sem que haja perfuração.

$$V_L = \sqrt{\frac{2E_{abs}}{m}} \quad (\text{EQ. 3.7})$$

Após a realização dos disparos, as amostras foram analisadas pelo MEV como descrito na seção 3.1.

3.4 Análise estatística

As metodologias de análise Weibull, Análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey foram utilizadas para analisar o nível de confiabilidade, significância e igualdade de cada resultado.

Os resultados foram analisados estatisticamente via a metodologia Weibull usando o programa Weibull Analysis, que usa a função de distribuição de frequência Weibull cumulativa ($F(x)$), EQ. 3.8:

$$f(x) = \exp \left[- \left(\frac{x}{\theta} \right)^\beta \right] \quad (\text{EQ. 3.8})$$

Onde x é a propriedade medida, β , é o módulo de Weibull, também conhecido como fator de forma para função de distribuição, e θ , é o parâmetro de normalização. Tal equação pode ser modificada em uma expressão linear conveniente do gráfico por um ajuste duplo de \ln , EQ. 3.9.

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-f(x)} \right) \right] = \beta \ln x - \beta \ln \alpha \quad (\text{EQ. 3.9})$$

A confiabilidade de Weibull é dada pelo lado esquerdo da equação, enquanto o $\ln x$ é o parâmetro de localização. Esta forma da distribuição de Weibull permite a determinação de θ , e β , a partir de sua inclinação.

A análise de variância (ANOVA) verifica a existência de diferenças significativas entre as médias dos resultados. Logo, as frações volumétricas da caracterização mecânica dos compósitos, assim como, diferentes configurações de fibras na segunda camada do sistema de blindagem foram processadas pela ANOVA. O teste foi realizado com nível de significância de 5% para todas as análises. Na TAB.3.3 são apresentados os parâmetros estatísticos usados durante a análise de variância. Para concluir se há igualdade entre as médias dos valores analisados são comparados o F calculado com o $F_{\text{crítico}}$ (teste do F). Caso, o F calculado apresente valor superior ao $F_{\text{crítico}}$ (valor tabelado) conclui-se que as médias dos valores analisados não são iguais.(NASCIMENTO, 2017; COSTA, 2019).

TAB. 3.3 – Parâmetros estatísticos utilizados na análise de variância (ANOVA). (Adaptado de NASCIMENTO, 2017)

Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	F crítico
Tratamentos	SQT	k-1	QMT	QMT/QMR	Tabela F (5% de significância)
Resíduos	SQR	k(r-1)	QMR		
Total	SQT_o	kr-1			

A EQ. 3.10 mostra os valores da soma dos quadrados do tratamento (SQT), enquanto a EQ. 3.11 mostra o cálculo da soma dos quadrados total (SQT_o). Abaixo estão listados os demais parâmetros estatísticos, em sua maioria, formados por dados iniciais da ANOVA ou dados matemáticos provindos pelo uso das equações acima citadas.

Sendo:

- GL – nº de graus de liberdade;
- SQ – soma dos quadrados.
- MQ – Quadrado Médio
- k – nº de tratamentos (tipos ou percentuais de reforço de fibras de Guarumã);
- r – nº de repetições do tratamento n – (nº de tratamentos) x (nº de repetições do tratamento);
- k(r - 1) - nº de graus de liberdade do resíduo;
- (kr - 1) – nº total de graus de liberdade;

$$SQT = \frac{\sum(\text{valor obtido para cada tratamento})^2}{r} - \frac{(\sum(\text{valor obtido da propriedade}))^2}{n} \quad (\text{EQ. 3.10})$$

- SQR – Soma dos quadrados do resíduo ($SQR = SQT_o - SQT$);
- SQT_o – Soma dos quadrados total;

$$SQT_o = \sum(\text{valor obtido para cada tratamento})^2 - \frac{(\sum(\text{valor obtido da propriedade}))^2}{n} \quad (\text{EQ. 3.11})$$

- QMT – Quadrado médio dos tratamentos ($QMT = SQT / (k-1)$);
- QMR – Quadrado médio do resíduo ($QMR = SQR / k(r - 1)$);
- Neste caso: $\sum(\text{valor obtido para cada tratamento}) = \sum(\text{valor obtido da propriedade})$.

Após constatar a diferença significativa entre as médias dos resultados obtidos, para as frações volumétricas e disposição das fibras de Guarumã, foi utilizado o Teste de Tukey. Com

95% de confiança, esta metodologia realiza um teste de hipótese, também conhecido como teste da diferença honestamente significativa (HSD), no qual se baseia na diferença mínima significativa, EQ. 3.12, para rejeitar ou não a hipótese de igualdade entre os dados.

$$d. m. s = q. \sqrt{\frac{QMR}{r}} \quad (EQ.3,12)$$

Sendo:

- q a amplitude total estudentizada (valor tabelado), a qual é função do grau de liberdade (GL) do resíduo e do número de tratamentos;
- QMR é o quadrado médio do resíduo;
- r é o número de repetições de cada tratamento.

Com isso, pôde-se comparar a influência dos percentuais de reforço e distribuição das fibras de Guarumã na matriz epoxídica para as amostras de ensaios balísticos e mecânicos. E enfim, concluir qualitativamente e quantitativamente, qual configuração possibilitou o melhor resultado.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O foco do presente trabalho foi caracterizar a estrutura morfológica das fibras de Guarumã, suas propriedades mecânicas, químicas e térmicas para serem aplicadas como reforço em compósito epoxídico utilizado na camada intermediária de um SBM. Além disso, frações volumétricas de 10, 20 e 30% do compósito (Epóxi-guarumã) foi avaliada, quanto a sua resistência a tração e ao impacto. E enfim, testes balísticos quanto à velocidade residual, profundidade de indentação e integridade estrutural foram submedidos ao SBM.

4.1 Caracterização da fibra

Durante a extração das fibras pode-se verificar que as fibras de Guarumã são extraídas tanto em via úmida, quanto em via seca, pelo cisalhamento de seu caule. Entretanto, no presente trabalho, as fibras não foram diferenciadas pelo método de extração usado, mas sim pela região do caule em que foram extraídas, quando necessário. Seu manuseio e aspecto iniciais se assemelham ao das fibras de bambu que apresentam bom desempenho estrutural tanto à compressão, quanto à tração, torção e flexão (DA CRUZ, 2015). Logo, as fibras finas (extraídas do caule) foram performadas quanto à frequência de seus diâmetros médios. O histograma de frequência (FIG.4.1) revela uma distribuição aproximadamente normal (REIS *et al.*, 2019) dentro do intervalo de 60 a 260 μm com valor diâmetro médio de 154 μm .

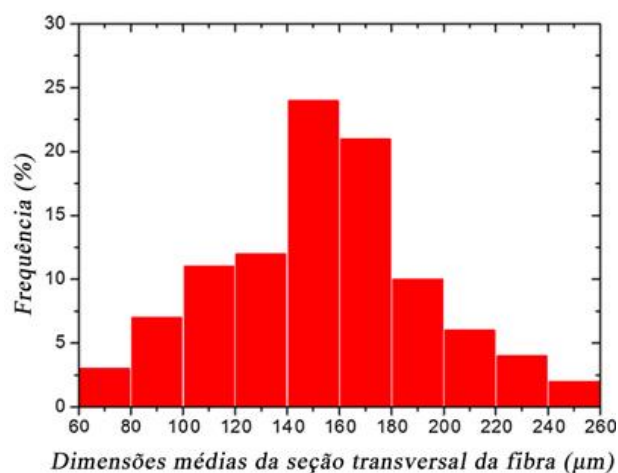


FIG. 4.1 – Histograma de frequência pelo diâmetro médio de fibra de guarumã.

As análises de MEV apresentam a morfologia da superfície longitudinal e transversal das fibras de guarumã. Na FIG. 4.2 tem-se a microestrutura da fibra de guarumã pós-fraturada em nitrogênio líquido. A fratura transversal da fibra, FIG. 4.2 (a), foi associada a uma estrutura elipsoidal. Maiores ampliações, FIG. 4.2 (b), mostram em sua seção transversal, orifícios relativamente maiores (lado esquerdo), semelhante a favos de mel, que podem corresponder ao lúmen (REIS *et al.*, 2019), onde os nutrientes fluem pela planta. Em contrapartida, elementos cilíndricos próximos ao lúmen (lado direito), FIG. 4.2 (b), e cobrindo a maior parte seção transversal FIG. 4.2 (c), são atribuídos às microfibrilas que compõem as paredes externas das fibras (THAKUR, 2014; DONALDSON, 2008).

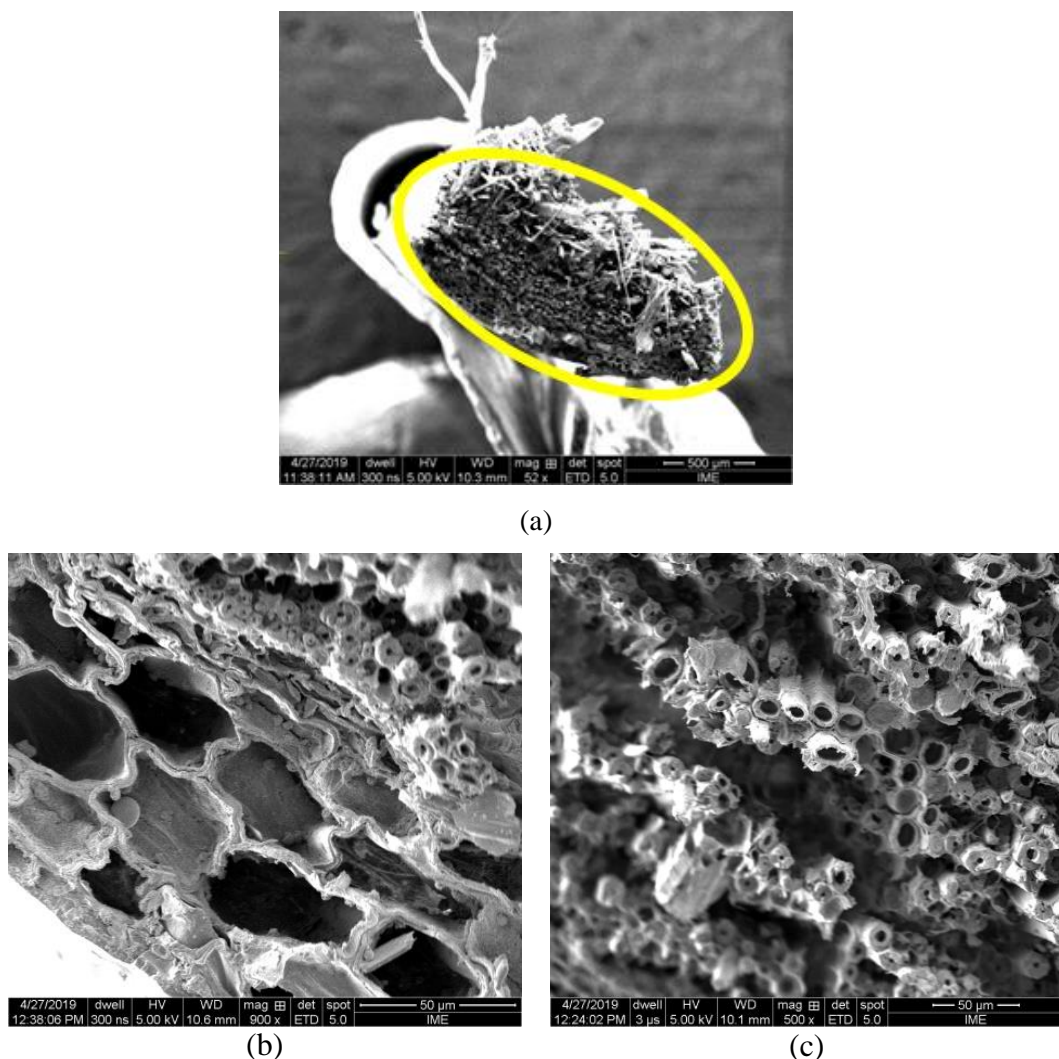


FIG. 4.2 – Imagens de MEV da fratura criogênica da fibra de guarumã; (a) destaque do formato geométrico da fibra; (b) orifícios grandes atrelados ao lúmen; (c) vista superior das microfibrilas cilíndricas.

Micrografias capturadas da superfície fibrilar do guarumã, com ampliação de 400 x, apresentam faixas longitudinais parecidas com listras brancas (FIG. 4.3(a)). Esses aspectos morfológicos foram relatadas em outras fibras, tais como: sisal, bambu, fibra de coco e

piaçava (MONTEIRO, 2011), além da fibra de curauá (MONTEIRO, 2009). Essas faixas foram associadas às microfibrilas, região considerada a de maior resistência numa FNL devido a suas cadeias de celulose. De fato, como registrado pela FIG. 4.3 (a), as microfibrilas tendem a se separar da matriz de lignina/hemocelulose durante a ruptura das fibras (MONTEIRO, 2011; MONTEIRO, 2009, COSTA, 2019), havendo um aparente descolando de microfibrilas do feixe principal. Destacado por uma seta amarela apontando para o lado esquerdo na FIG. 4.3 (b), observa-se outro indício de microfibrila sendo destacado sobre a superfície da fibra de guarumã com aumento de 3000 x. Entretanto, a seta apontando para o lado direito desta imagem (FIG. 4.3 (b)), outras duas listras brancas, semelhantes às citadas anteriormente, não devem ser atribuídas apenas as microfibrilas. Neste caso, as listras brancas relativamente grandes, podem ser relacionadas à lignina deformada durante o processo de extração das fibras de guarumã.

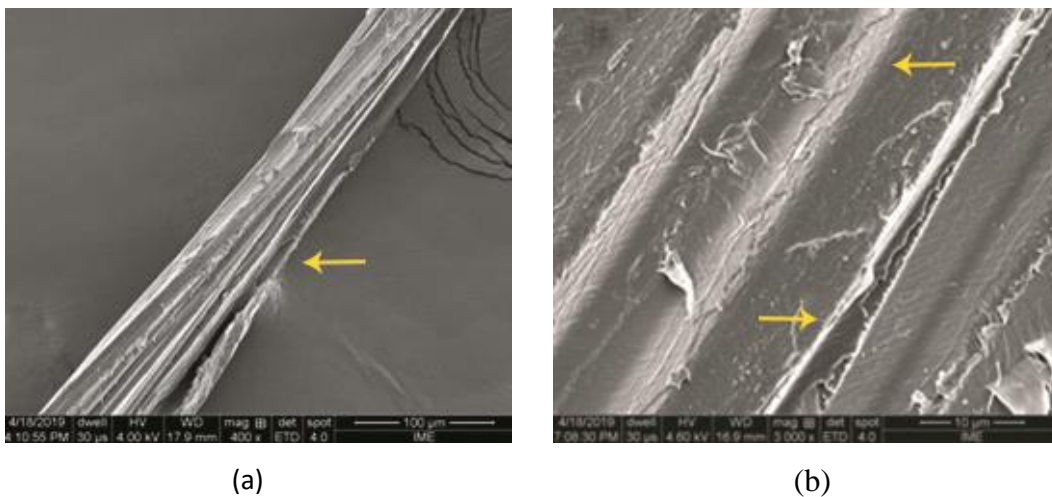


FIG 4.3 – Imagem de MEV da superfície longitudinal nas fibras de guarumã; (a) aparente descolamento da microfibrila; e (b) listras grossas relacionadas a lignina com possível descolamento de microfibrila destacada ao lado.

Os resultados dos cálculos de densidade, considerando a geometria encontrada na fratura criogênica (FIG. 4.2 (a)), foram adequados a fibras com seções transversais elípticas. A TAB 4.1 apresenta os valores médios da densidade das fibras de guarumã para cada intervalo de diâmetro presentes na FIG. 4.1. Nesta tabela, deve-se notar que as fibras tendem a possuir maior densidade em ambas as técnicas. Além disso, as densidades registradas pelo método de Arquimedes, embora superior em valores médios, são comparáveis aos do CLDF dentro dos valores correspondentes aos desvios-padrão. Essa diferença pode ser atribuída à interação do meio líquido com a porosidade superficial da fibra durante a análise de Arquimedes (YUSUP, 2019).

TAB. 4.1 – Densidade média registrada pelos métodos de CLDF e Arquimedes.

Intervalo do diâmetro médio das fibras (μm)	Densidade pelo CLDF (g/cm^3)	Densidade por Arquimedes (g/cm^3)
70-90	$0,66 \pm 0,17$	$0,79 \pm 0,22$
90-110	$0,64 \pm 0,12$	$0,74 \pm 0,18$
110-130	$0,62 \pm 0,17$	$0,72 \pm 0,25$
130-150	$0,59 \pm 0,11$	$0,68 \pm 0,15$
150-170	$0,50 \pm 0,21$	$0,65 \pm 0,19$
170-190	$0,43 \pm 0,26$	$0,61 \pm 0,13$
190-210	$0,43 \pm 0,16$	$0,62 \pm 0,24$
210-230	$0,39 \pm 0,18$	$0,58 \pm 0,15$
230-250	$0,35 \pm 0,14$	$0,55 \pm 0,23$

Em todo caso, ambas as densidades encontradas são significativamente baixas em comparação com as demais FNLs. As análises indicam que os valores de densidade média obtido pelo método CLDF é de $0,50 \text{ g}/\text{cm}^3$, enquanto pelo método Arquimedes é de $0,64 \text{ g}/\text{cm}^3$. Logo, as fibras de guarumã aparentam ser mais leves que muitas FNLs usadas como reforço em compósitos, tais como, juta, linho, algodão, abacaxi, rami e sisal (MONTEIRO, 2011; SATYANARAYANA, 2009). Neste trabalho, a densidade com maior probabilidade foi de $0,59 \text{ g}/\text{cm}^3$, valor próximo aos $0,52 \text{ g}/\text{cm}^3$ encontrados por Pinheiro (2019), confirmando a fibra de guarumã como uma das mais leves FNLs.

A análise estatística Weibull foi realizada para ambas as técnicas de densidade (CLDF e Arquimedes), pela distribuição unimodal de todos os intervalos. Na TAB. 4.2 está ilustrado os parâmetros Weibull fornecidos pelo software, associando o módulo de Weibull, β ; parâmetro de normalização, θ ; e ajuste de precisão, R^2 . Vale ressaltar que os valores seguem a mesma tendência da densidade média da fibra guarumã, onde, as maiores densidades são encontradas nas menores seções transversais. Além disso, o valor de R^2 manteve-se entre 84 a 98%, resultando em uma faixa de confiabilidade experimentalmente aceitável. Por outro lado, valores relativamente baixos do β indicam uma baixa uniformidade, porém tolerável. Estes parâmetros já eram esperados, afinal de contas as fibras naturais possuem defeitos e heterogeneidades morfológicas em sua superfície (MONTEIRO, 2009; SANJAY, 2018; PEÇAS, 2018; GÜVEN, 2016; PICKEING, 2016, YUSUP, 2019).

TAB. 4.2 – Parâmetros Weibull para cada intervalo de diâmetro investigado nas técnicas de CLDF e Arquimedes.

Intervalo do diâmetro médio das fibras (μm)	Densidade pelo CLDF (g/cm^3)			Arquimedes (g/cm^3)		
	β	θ	R^2	β	θ	R^2
60-80	5,88	0,712	0,935	3,69	0,885	0,885
80-100	8,20	0,677	0,976	4,41	0,801	0,971
100-120	5,76	0,706	0,959	3,47	0,802	0,975
120-140	7,16	0,629	0,948	6,06	0,730	0,980
140-160	3,24	0,558	0,949	5,19	0,703	0,976
160-180	2,02	0,492	0,896	5,79	0,656	0,882
180-200	3,14	0,488	0,842	3,04	0,695	0,981
200-220	2,72	0,440	0,919	3,79	0,642	0,981
220-240	2,87	0,393	0,980	3,13	0,615	0,983
240-260	2,59	0,420	0,974	3,50	0,553	0,973

Em contrapartida, a densidade avaliada por picnometria gasosa não apresentou resultados semelhante às demais técnicas. Como pode ser visto na TAB. 4.3, foram registrados pelo picnômetro valores consideravelmente superiores aos resultados anteriores (Arquimedes/CLDF).

TAB. 4.3 – Densidade das fibras de guarumã via picnometria de gás hélio, conforme a região de extração (interna, intermediária e externa) da fibra em seu caule.

Posição da Fibra	Densidade (g/cm^3)	Desvio Padrão
Externa	1,1276	0,0376
Intermediária	1,1074	0,0385
Interna	0,9547	0,0315

Supostamente, a diferença entre essas densidades deve-se as condições climáticas durante o ensaio picnométrico. Embora as fibras tenham sido lacradas com graxa de silicone em um recipiente de vidro contendo gel de sílica, o transporte das amostras foi feito em um período chuvoso, o que deve ter favorecido a absorção de água entre as imperfeições e microconstituintes hidrofílicos existentes na fibra (SAHEB, 1999; ESPINOSA, 2019). Entretanto, os resultados de picnometria ainda foram proveitosos para identificar uma leve

redução de densidade, entre a região externa ($1,13 \text{ g/cm}^3$) e interna ($0,95 \text{ g/cm}^3$) do caule. Este comportamento já foi relatado em outras fibras naturais como o bambu (DA CRUZ, 2015) e pode ser explicado pela maior incidência de microfibrilas nas camadas externas (próximo à casca), FIG. 4.2 (c), onde há uma maior quantidade de feixes de fibras (CHEN *et al.*, 2009), enquanto as camadas mais internas como o lúmen, FIG. 4.2 (b), possuem maiores proporções de lignina e hemicelulose que são relativamente menos densas que a celulose (KELLOGG, 2007).

Após quantificar os microconstituintes da fibra de guarumã, foi observado que a fibra é composta por teores quase idênticos de hemicelulose (40,36%) e celulose (39,7%). Comparada a outras fibras naturais, TAB. 4.4, são observados valores similares de celulose entre as fibras de coco e guarumã, o que poderia indicar um baixo desempenho mecânico ao guarumã. Entretanto, essa semelhança se distancia quando se consideram os teores de hemicelulose e lignina de ambas as fibras. Em suma, as fibras de guarumã são ricas em hemicelulose enquanto as fibras de coco são compostas em maior parte por lignina. Outra comparação que pode ser feita envolve as fibras de bambu. Essa fibra, assim como o guarumã, apresenta teores quase equilibrados entre seus microconstituintes, com cerca de 30% de hemicelulose e 34,5% de celulose (DA CRUZ, 2015; FARUK, 2012).

TAB. 4.4 – Teores dos microconstituintes das fibras de guarumã e outras fibras naturais.

Fibra	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Extrativos (%)	Referência
Guarumã	39,7	40,36	10,53	9,42	PT*
Bambu	34,5	30	26	9,5	FARUK, 2012
Coco	39	0,2	43	17,8	MOHANTY,2000
Rami	58,6	13,1	0,6	27,7	BLEDZKI, 1999
Juta	64,4	12	11,8	11,8	BLEDZKI, 1999
Sisal	65,8	12	9,9	12,3	BLEDZKI, 1999
Cânhamo	72,3	20,15	4,7	2,85	MOHANTY,2000
Algodão	82,6	5,7	-	11,7	BLEDZKI, 1999

PT* - Presente Trabalho.

Através do espectro de FTIR, FIG. 4.4, pôde-se observar que as fibras de guarumã exibem bandas semelhantes às usualmente encontradas em FNLs (MONTEIRO, 2014; SPINACE, 2009; MONTEIRO, 2014; ROMANZINI, 2012). Foi possível observar vários picos que representam o número de ondas de uma banda de adsorção. Cada um desses números de onda está relacionado a um grupo funcional presente na composição química das fibras lignocelulósicas.

Porém, foram registradas duas bandas de adsorção em 2368 e 3749 cm^{-1} , que não são características de materiais celulósicos. De fato, o número de onda 2368 cm^{-1} foi citado em um trabalho anteriormente publicado sobre a fibra de malva (MONTEIRO, 2014). Contudo, não foi encontrado na literatura o números de onda 3749 cm^{-1} nos espectros de FTIR de outras FNLs, até o presente estudo. Eventualmente, os números de onda supracitados podem estar relacionados a materiais presentes nos extrativos da fibra, que se estende a um diverso grupo de componentes, possivelmente, não relacionados na TAB 3.1.

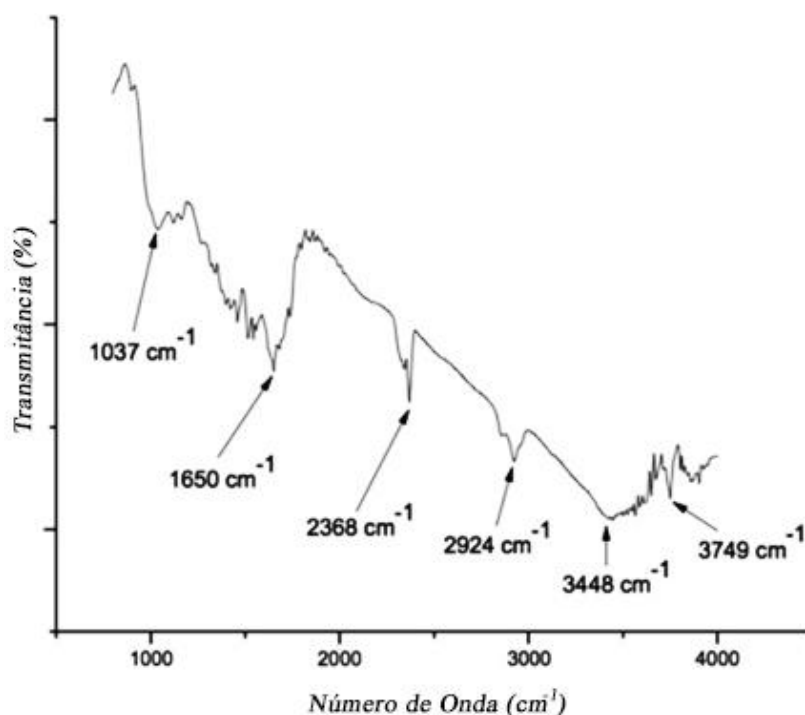


FIG. 4.4 – Espectro de FTIR da porcentagem de transmitância e o número de onda correspondente.

Segundo a TAB. 3.1, as adsorções apontam para os seguintes grupos químicos: (I) na posição 3448 cm^{-1} encontra-se à banda de alongamento O – H; (II) a faixa 2924 cm^{-1} pode ser atribuída à ligação C – H (alifático + aromático); (III) em torno da posição 1650 cm^{-1} essa banda caracteriza a ligação C = O em conjugação ao anel aromático; (IV) o número da onda 1037 cm^{-1} pode estar relacionados às ligações C – H e C – O.

De acordo com a literatura, a banda de O – H que se estende em 3448 cm^{-1} é característica dos grupos hidroxila, e estão presente nas estruturas de celulose, hemicelulose, água e lignina, ao lado de extrativos e ácidos carboxílicos. A faixa de absorção em torno de 2924 cm^{-1} é característica em qualquer macromolécula presente na celulose e hemicelulose (SPINACE, 2009; MONTEIRO, 2014; ROMANZINI, 2012). A faixa 1650 cm^{-1} corresponde à vibração do alongamento de carbonila (C = O) de ácidos carboxílicos, alifáticos e cetonas, principalmente devido a grupos hemicelulósicos (SPINACE, 2009; GUIMARÃES, 2009; ROMANZINI, 2012; MONTEIRO, 2014). Por fim, a banda característica 1037 cm^{-1} representa os componentes polissacarídeos, principalmente, de celulose.

O difratograma de raios X das fibras de guarumã, FIG. 4.5, apresenta comportamento típico de uma estrutura semicristalina, caracterizado pelos planos (101), (200) e (004) da celulose I β ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$)_n (D'ÁGUA, 2018). O índice de cristalinidade foi deduzido a partir do registro das áreas e intensidades dos picos (101) e (200), representantes dos componentes amorfo e cristalino que compõe a fibra natural.

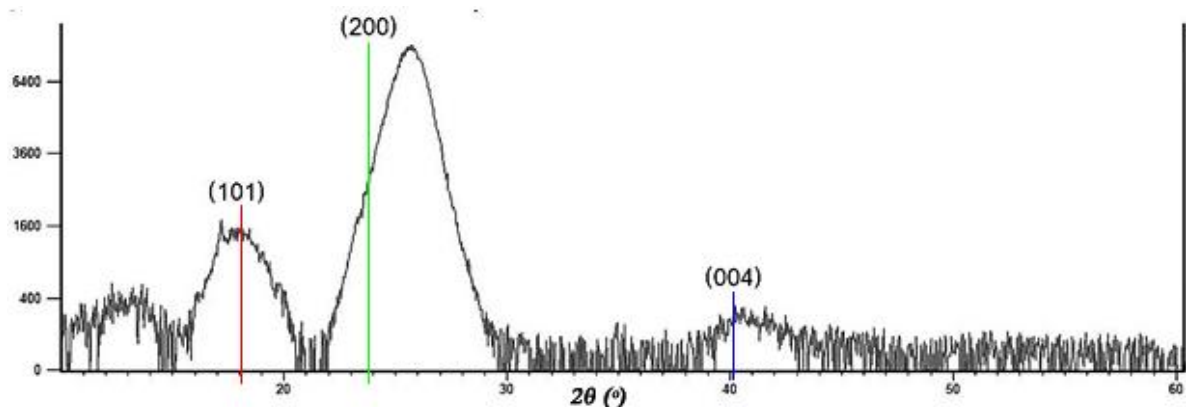


FIG. 4.5 – Difratograma de raios X indexado pela ficha de celulose I β .

Em resumo, a FIG. 4.5 mostra o padrão de DRX de uma amostra de guarumã usada para avaliar o seu índice de cristalinidade (IC), de acordo com EQ. 3.4. Segundo a avaliação tem-se o $\text{IC} = 60\%$, com base na intensidade 1697 u.a. para o pico (1 0 1) observado em $2\theta = 17,2^\circ$ e 4187 u.a. para o pico de celulose (0 0 2) a $2\theta = 25,7^\circ$. Pelo segundo método, proposto por Segal (1959), as áreas correspondentes dos mesmos picos dão $\text{IC} = 67\%$. Logo, os resultados obtidos estão dentro da faixa de valores relatados para muitas FNLs (SATYANARAYANA, 2009).

Outra característica importante é a orientação do AMF, dita como um dos responsáveis pela resistência mecânica das FNLs (MONTEIRO, 2011; PAGE, 1969). Sua medição pode

ser realizada através da visualização direta das marcas superficiais da fibra, usando microscopia óptica, microscopia de refletância confocal, MEV e microscopia de varredura de emissão em campo (FESEM) (DONALDSON, 2008). Em particular Abe *et al.* (1991; 1992) e Brändström *et al.* (2003; 2004) avaliaram o AMF de árvores coníferas e *spruce*, pelo aspecto micrográfico formado entre o eixo da fibra (traqueídes de madeira) e as marcas superficiais que as circundam. Entretanto, devido as incertezas em relação à medição superficial, FIG 4.3 (b), absteve-se desta técnica adotando uma mais precisa, a análise baseada em DRX , FIG 4.6 (DONALDSON, 2008; SEGAL, 1959).

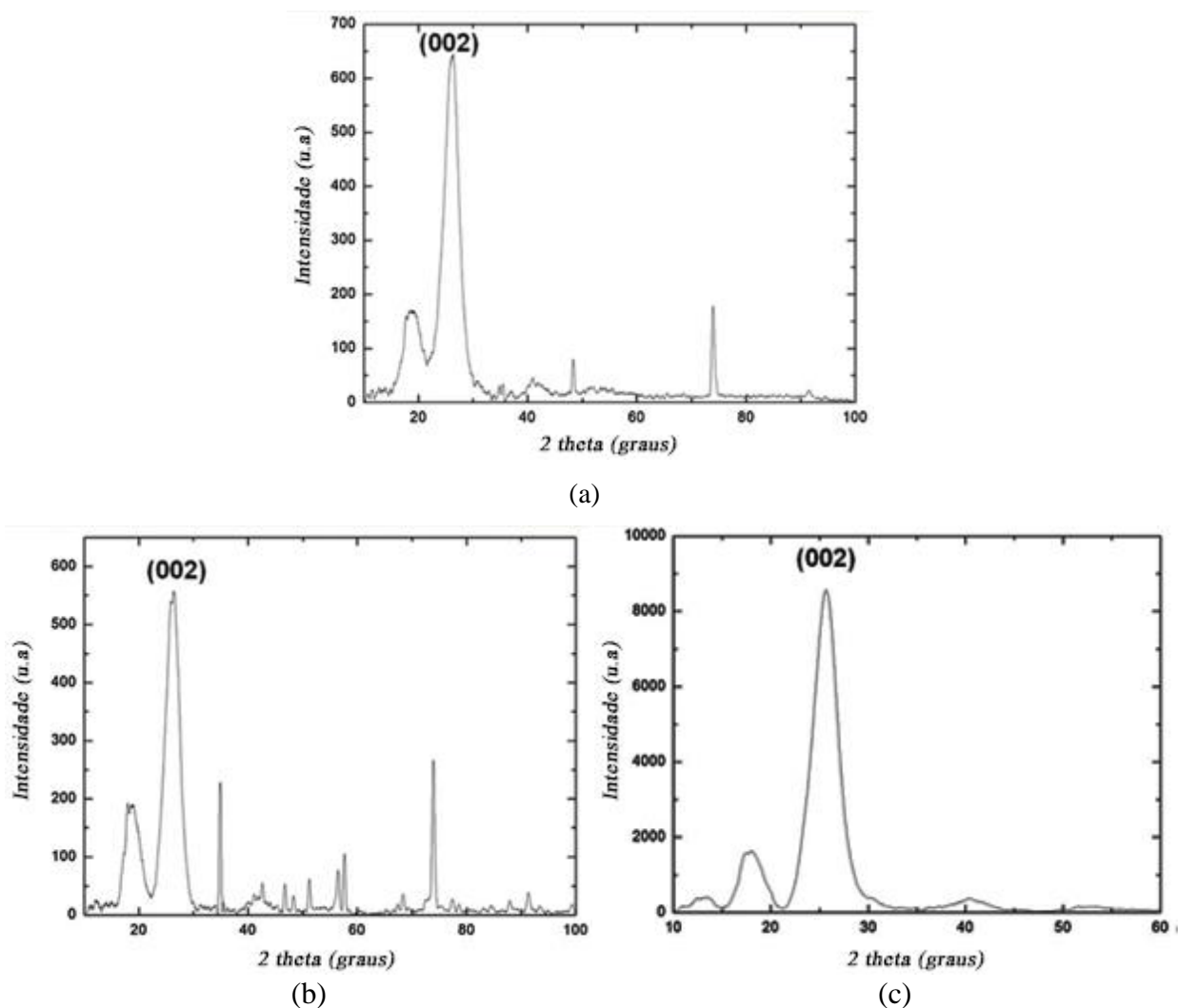


FIG. 4.6 – Padrões de DRX das amostras de fibra de guarumã relacionadas a: (a) tala vertical; (b) tala horizontal; e (c) fibras atadas.

A FIG. 4.6 mostra os padrões de DRX da fibra de guarumã analisadas em diferentes tipos de amostra: (a) caule vertical; (b) caule horizontal; e (c) grupo de fibras atadas. Deve-se notar que, nas três condições, o pico associado à direção (0 0 2) é o pico proeminente. Além

disso, esse pico está relacionado à parte cristalina da fibra e, portanto, é o pico analisado para a avaliação do AMF (EVANS, 1999). As diferenças entre os difratogramas podem estar associadas à direção de incidência dos raios X, sobre a posição do eixo principal da tala. Enquanto que, nas duas primeiras condições a intensidade máxima é de cerca de 700 u.a., no terceiro essa intensidade chega a mais de 8.000 u.a., logo, a razão entre as intensidades dos picos, sugere que apenas os picos principais apareceriam na FIG. 4.6 (c), enquanto nas outras duas condições, os picos secundários estariam relacionados com a posição da tala. Desta forma, os distintos padrões de DRX da FIG. 4.6 foram analisados quanto ao AMF e apresentados na TAB 4.5. Nota-se que os valores de AMFs foram parecidos independentemente do tipo de amostra. Nestas condições foi estabelecido um valor médio de $AMF = 7,8^\circ$. Este valor é considerado como um baixo índice de ângulo microfibrilar em FNLs, podendo ser um indicativo positivo sobre as propriedades mecânicas da fibra de guarumã, apesar do seu baixo teor de celulose. Em teoria, quanto menor a angulação entre as microfibrilas e o eixo do filamento, melhor será seu desempenho mecânico (SATYANARAYANA, 2009).

TAB. 4.5 – Resultados de AMF das fibras de guarumã.

Amostra	AMF
Caule na Vertical	7,3
Caule na Horizontal	8,2
Fibras Alinhadas	7,9

Partindo para ensaio de tração das fibras de guarumã, tem-se que entre 50 a 1200 μm de diâmetro médio, os valores de tensão à tração, módulo de elasticidade e deformação máxima foram de 227 MPa, 4,12 GPa e 5,77%, respectivamente. Na TAB.4.6 pode-se observar os parâmetros Weibull para este ensaio. Nota-se que nenhuma das propriedades apresentou valor inferior a 80% do coeficiente de relação (R^2), indicando que as distribuições exibem alta representatividade estatística.

TAB. 4.6 – Resultados do ensaio de tração das fibras isoladas.

Propriedade	Média	Desvio Padrão	β	θ	R^2
Resistência à Tração (MPa)	268,23	336,45	0,54	226,89	0,95
Módulo de Elasticidade (GPa)	3,66	2,40	1,70	4,12	0,94
Alongamento (%)	7,51	12,83	0,83	5,77	0,83

Entretanto, houve uma severa diferença entre a resistência a tração das fibras de diâmetros finos ($< 330 \mu\text{m}$) e grossos ($330 \mu\text{m} < x < 1200 \mu\text{m}$). Logo, na TAB 4.7, observa-se que as fibras finas (FF) são 86% mais resistentes que as fibras grossas (FG).

TAB. 4.7 – Comparação entre a resistência mecânica das amostras FF e FG.

Amostras	Resistência a Tração Média	Desvio Padrão	β	θ	R^2
FF (MPa)	612,67	372,18	1,46	702,97	0,96
FG (MPa)	96,01	53,09	0,99	93,92	0,94

Para analisar os resultados mostrados na TAB. 4.8, foi utilizada a análise de variância (ANOVA), para a resistência à tração das fibras de guarumã dos grupos de FF e FG.

TAB. 4.8 – Análise de variância das amostras FF e FG.

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	F crítico
Entre grupos	907292,3	1,0	907292,3	10,6	4,5
Dentro dos grupos	1369130,9	16,0	85570,7		
Total	2276423,1	17,0			

De acordo com a análise de variância mostrada na TAB 4.8, é possível afirmar com nível de significância de 5%, que a resistência à tração das fibras de guarumã sofre influência do diâmetro médio de fibra, visto que a estatística $F_{\text{calculado}}$ (10,6) foi superior ao $F_{\text{crítico}}$ (4,5). De fato, fibras naturais finas tendem a possuir teores mais elevados de celulose, devidos a alta

concentração de microfibrilas em sua estrutura (BHATNAGAR, 2016). Considerando, a composição do guarumã com 39,7% de celulose e que as FF possuem maior porcentagem desta celulose, tem-se que o baixo desempenho mecânico das FG (TAB. 4.9) pode estar atrelado ao alto teor de lignina (10,5%)/ hemicelulose (40,3%) em sua estrutura, fora outras heterogeneidades presentes em sua superfície (ABDAL-HAY, 2012; RAO, 2007).

TAB. 4.9 – Resultados dos ensaios de tração de fibras finas e grossas.

Propriedades	Fibras Finas					Fibras Espessas				
	Média	Desvio Padrão	β	θ	R^2	Média	Desvio Padrão	β	θ	R^2
Limite de Resistência à Tração (MPa)	612,64	372	1,46	702,96	0,96	96,01	107,55	0,98	93,92	0,94
Módulo de Elasticidade (GPa)	2,95	0,85	3,09	3,31	0,97	2,50	1,12	2,01	2,87	0,92
Deformação à Tração (%)	11,57	1,54	2,81	13,24	0,68	1,51	0,56	1,79	1,89	0,89

Logo, o comportamento mecânico da fibra foi analisado em FF e FG, TAB. 4.9, para ser comparado com as propriedades gerais apresentadas pela TAB. 4.6. De acordo com os parâmetros Weibull, tem-se que, os valores de R^2 mostraram amostras homogêneas para o limite de resistência (σ) e módulo de elasticidade (E) de ambas espessuras de fibra. Logo, é possível afirmar que o grupo de FF apresentou $\sigma_{\text{médio}} = 612$ MPa e $E = 2,95$ GPa, enquanto o grupo de FG apresentou $\sigma_{\text{médio}} = 96$ MPa e $E = 2,5$ GPa.

Após, analisar os resultados de TGA das fibras de guarumã (FIG.4.7) pode-se observar que há três intervalos com perdas significativas de massa. O primeiro intervalo (52,1 °C) está ligado à perda de umidade com redução de massa em torno de 10%. A partir do segundo intervalo, a 256,9 °C, ocorreu a degradação dos componentes químicos das fibras (ÓRFÃO, 2001), com perda superior a 40% de massa. Desse modo, é indicado que às fibras sejam utilizadas em aplicações ou processamentos com temperatura máxima em torno de 200 °C devido a temperatura de degradação de seus microconstituintes. Por outro lado, a temperatura que relata a perda de umidade (52 °C) valida a temperatura de secagem das fibras (80 °C).

Outro ponto importante a ser citado, é que a hemicelulose compreende um grupo de biopolímeros que são polissacarídeos ramificados. Eles são mais complexos que a estrutura de

celulose sendo termicamente os componentes mais instáveis da biomassa (BURHENNE, 2013). Portanto, a hemicelulose se decompõe mais rapidamente, e em temperaturas mais baixas, que a celulose e a lignina. Este fato explica o intervalo de degradação dos componentes químicos no guarumã (256° a 346° C) ser menor do que o de outras fibras como o curauá (250° a 400° C) e o fique (260° a 400° C) (COSTA, 2019).

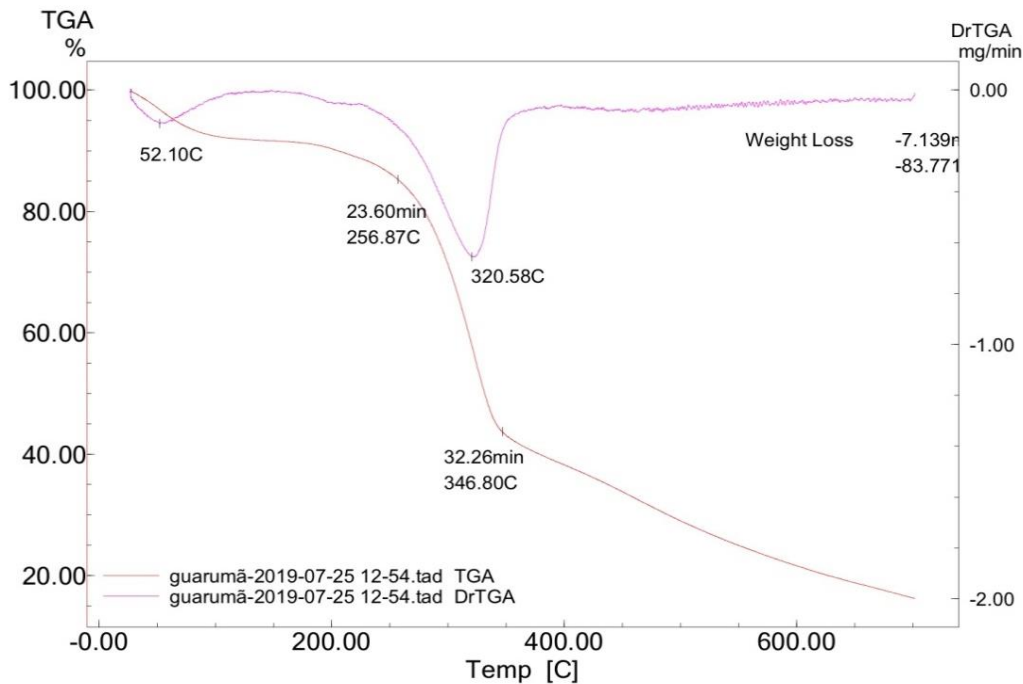


FIG. 4.7 - Curvas de TGA/DTG para as fibras de guarumã.

Na TAB. 4.10 são comparadas algumas das propriedades obtidas pela fibra de guarumã com a de outras FNLs existentes na literatura. De fato, as fibras de guarumã demonstraram um desempenho mecânico satisfatório quando submetidas ao ensaio de tração, semelhante ao de fibras como juta, rami e cânhamo (LUZ, 2015; MOHANTY, 2000; VERMA, 2019). Além disso, na TAB 4.10 são apresentados os custos do guarumã e outros materiais (Al_2O_3 e aramida) utilizados no SBM do presente trabalho. Pelos valores apresentados pela TAB. 4.10, tem-se que as fibras de guarumã são 20 vezes mais baratas que a fibra sintética de aramida. Além disso, para fibras com AMF próximos ao do guarumã ($7,3^\circ$), tais como juta (8°), cânhamo ($6,2^\circ$) e rami ($7,5^\circ$), observam-se valores de resistência à tração compatível ao encontrado pela fibra de guarumã. Logo, esta comparação reforça a relação entre o ângulo microfibrilar e as propriedades mecânicas da fibra (MOHANTY, 2000).

TAB. 4.10 – Comparação entre as propriedades mecânicas, ângulo microfibrilar e custo, de FNLs e outros materiais que compõem o SBM.

Fibra	ρ (g/cm ³)	σ (MPa)	E (GPa)	AMF (°)	Custo (US\$)	Referência
Guarumã	0,59	614	2,95	7,3	1,00	PT*; PINHEIRO, 2019
Juta	1,3 – 1,6	393 - 773	13 - 26.5	8	0,09	LUZ, 2015
Cânhamo	1,48	690	60 -80	6,2	1,20	MOHANTY, 2000; VERMA, 2019
Rami	1,5	400 - 938	61,4 - 128	7,5	-	MOHANTY, 2000
Sisal	1,45	468 - 640	9,4 - 22	20	1,00	MOHANTY, 2000; VERMA, 2019
Al ₂ O ₃	3,72	-	-	-	2,66	LUZ, 2015
Aramida	1,44	3000 - 4500	63 - 131	-	20,61	LUZ, 2015
Curauá	0,57 – 0,92	117 - 3000	27 - 80	15 - 18,8	-	MONTEIRO, 2011

Pelos valores apresentados pela TAB. 4.10, tem-se que as fibras de guarumã são 20 vezes mais baratas que a fibra sintética de aramida. Além disso, sua densidade é a menor entre as fibras apresentadas, exceto pela fibra de curauá que a supera também em resistência à tração. Entretanto, entre os módulos de elasticidade apresentados, as fibras de guarumã são de longe o menor. Mas é válido citar que alguns corpos de provas chegaram a registrar módulos de Young superiores a 10 GPa. Portanto, com resistência mecânica relativamente alta, fora sua baixa densidade e preço, as fibras de guarumã podem ser uma opção válida para substituir as fibras sintéticas como a aramida (dependendo de sua aplicação final).

4.2 Caracterização do compósito

O comportamento mecânico dos compósitos reforçados com fibras de guarumã apresentou resistência à tração (σ_{\max}) e módulo de Young (E) crescentes a adição de reforço. Segue, na TAB. 4.11, os resultados para resistência à tração média (σ_{\max}), assim como os parâmetros Weibull dos compósitos EG10, EG20 e EG30 reforçados em 10, 20 e 30% vol. de

fibras, respectivamente. Como pode ser observado, o compósito EG30 apresentou maior resistência a tração com 52,75 MPa. Além disso, as amostras apresentaram homogeneidade com valores de $R^2 > 0,90$ excluindo a hipótese de censurar qualquer corpo de prova ensaiado.

TAB. 4.11 – Resultados do ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.

Amostras	σ_{\max} (MPa)	Desvio Padrão	β	θ	R^2
EG10	27,55	8,36	3,51	30,64	0,97
EG20	29,38	13,01	1,91	34,32	0,92
EG30	52,75	15,01	4,15	58,06	0,90

Através da ANOVA, TAB. 4.12, tem-se que, a estatística F calculada (23,9) foi muito superior ao $F_{\text{crítico}}$ (3,3). Logo, rejeita-se a hipótese que as médias de resistência à tração são iguais, com nível de confiança de 5%. Confirmando que a fração volumétrica de fibra empregada a matriz afetou a resistência à tração do compósito.

TAB. 4.12 – Análise de variância dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.

Fonte da variação	SQ	GL	MQ	F	$F_{\text{crítico}}$
Entre grupos	5181,86	2	2590,93	23,92	3,35
Dentro dos grupos	2924,73	27	108,32		
Total	8106,59	29			

Além disso, foi possível observar na TAB. 4.11 que, a partir da amostra EG10 (27,55 MPa) para a amostra EG30 (52,75 MPa), quanto maior a porcentagem de fibra, melhor será o desempenho mecânico em tração para o compósito. Logo, com o propósito de obter a fração volumétrica de maior resistência mecânica, as médias obtidas foram comparadas pelo Teste de Tukey (TAB. 4.13).

TAB. 4.13 – Teste de Tukey da resistência à tração dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.

Compósitos	EG10	EG20	EG30
EG10	0,00	5,87	30,35
EG20	5,87	0,00	24,48
EG30	30,35	24,48	0,00

A partir da TAB. 4.13, pode-se afirmar, com nível de significância de 5%, que a amostra EG30 exibiu a maior diferença significativa (30,35) em relação ao compósito EG10. Logo, conclui-se que o melhor desempenho em tração ($\sigma_{\max} = 53,75$ MPa) foi do EG30 com uma relação positiva entre a quantidade de fibra e a propriedade de resistência a tração das amostras investigadas. Além disso, com diferença mínima significativa (d.m.s) de 11,4 pode-se concluir que a amostra EG30 é significativamente diferente das demais amostras.

O mesmo tratamento estatístico foi dado à propriedade do módulo de Young (E) de cada amostra investigada. Logo, na TAB. 4.14, é apresentado o resultado para o módulo de elasticidade (E), assim como os parâmetros Weibull dos compósitos EG10, EG20 e EG30. Como pode ser observado, o compósito EG30 destaca-se novamente com o maior módulo de elasticidade (1,69 GPa) . Além disso, a distribuição das amostras apresenta homogeneidade com valores de $R^2 > 0,90$, excluindo a hipótese de censurar qualquer resultado.

TAB. 4.14 – Resultados e análise estatística do módulo de Young dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.

Amostra	E (GPa)	Desvio Padrão	B (MPa)	Θ (MPa)	R^2
EG10	1,18	0,16	7,2486	1258,12	0,95
EG20	1,47	0,12	13,033	1534,08	0,98
EG30	1,69	0,21	8,7107	1791,87	0,98

Através da ANOVA, TAB. 4.15, tem-se que, a estatística F calculada (90,42) foi muito superior ao $F_{\text{crítico}}$ (3,35). Logo, rejeita-se a hipótese que as médias dos módulos de elasticidade sejam iguais, com nível de significância de 5%. Novamente, indicando que a

fração volumétrica de fibra depositada na matriz epóxi afetou o módulo de elasticidade do compósito.

TAB. 4.15 – Análise de variância para os módulos de elasticidade dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.

Fonte da variação	<i>SQ</i>	<i>GL</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	2,28	2	1,14	90,42	3,35
Dentro dos grupos	0,34	27	0,01		
Total	2,62	29			

De forma similar a resistência à tração (TAB. 4.14) da amostra EG10 (1,18 GPa) para a amostra EG30 (1,69 MPa), tem-se um melhor desempenho mecânico os compósitos com maiores porcentagens de fibra. Para avaliar o teor de fibra que melhor contribuiu a ascensão do módulo de elasticidade, as médias obtidas foram comparadas pelo Teste de Tukey (TAB. 4.16).

TAB. 4.16 – Teste de Tukey do módulo de elasticidade dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.

Compósito	EG10	EG20	EG30
EG10	0,00	0,36	0,67
EG20	0,36	0,00	0,32
EG30	0,67	0,32	0,00

Logo, as amostras apresentaram diferença mínima significativa igual a 0,12 para o módulo de elasticidade. Portanto, a partir da TAB. 4.16, pode-se afirmar com nível de significância de 5% que, novamente a amostra EG30 exibiu a maior diferença significativa (0,67) em relação ao compósito EG10. Sendo assim, o maior módulo de elasticidade ($E = 1,69$ GPa) foi do EG30, que assim como na resistência a tração apresenta uma relação positiva entre a quantidade de fibra e a propriedade de resistência a tração das amostras investigadas.

O comportamento dinâmico dos compósitos epóxi/guarumã foi avaliado pelos resultados de energia absorvida (TAB. 4.17) adquiridos pelo ensaio de impacto Izod. Neste ensaio foram identificados três tipos de fraturas classificadas como completa (rompimento total da amostra), dobradiça (rompimento incompleto, sem que a parte inferior e superior da amostras se sustentem uma acima da outra) e parcial (rompimento incompleto com fratura superior a 90% entre o vértice do entalhe e o lado oposto do CP). Portanto, somente pode-se afirmar que os compósitos reforçados por 10% de guarumã (EG10) possuem energia de absorção igual a 144 J/m, pois foram as únicas amostras com rompimento total dos CPs. Tanto EG20 quanto EG30 apresentaram fraturas do tipo dobradiça. Entretanto, somente as amostras EG20 oscilaram entre todos os tipos de fratura, enquanto as amostras EG30 não registraram nenhuma fratura completa.

TAB. 4.17 – Energia absorvida pelo compósito epóxi/fibras de guarumã no ensaio de impacto izod.

Porcentagem de Fibra de guarumã	Energia (J/m)	Referência
0	6,3	NASCIMENTO, 2019b
10	144,37 ± 57,96	*PT
20	257,21 ± 53,09	*PT
30	476,92 ± 96,95	*PT

*PT – Presente Trabalho.

Esses resultados, assim como os de tração, mostram que maiores teores de fibras de guarumã elevaram a resistência ao impacto da matriz epóxi, FIG. 4.8. Entretanto, estes valores devem ser considerados somente como um indicativo de resultado, visto que para a correta aferição da energia absorvida, deve ser analisada em CPs com rompimento total da região de entalhe (ASTM D256-10, 2008). Desta forma, optou-se por não avaliar estatisticamente a energia de impacto absorvida pelas amostras.

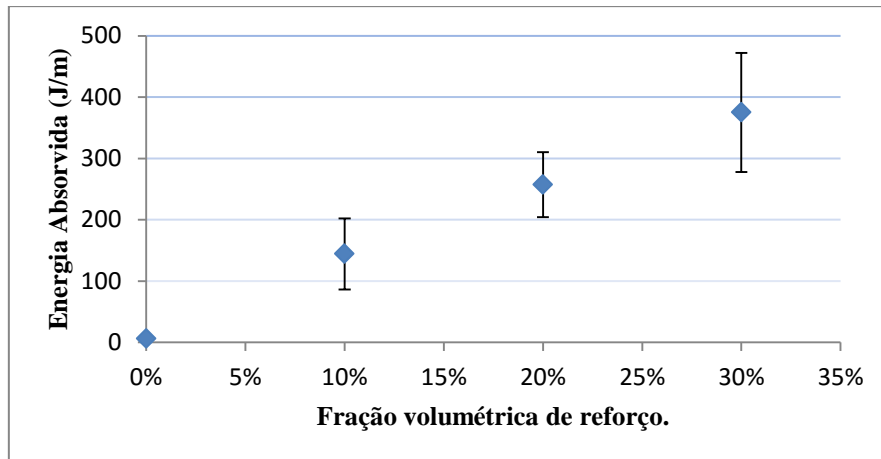


FIG. 4.8 – Comparação entre as energias de impacto dos compósitos EG10, EG20 e EG30, com 10, 20 e 30% vol. de fibras de guarumã, respectivamente.

4.3 Avaliação balística

O ensaio balístico do SBM sobre a plastilina foi peformado pela camada intermediaria EG30 devido ao seu melhor desempenho nos ensaios anteriores (tração e impacto). Com o objetivo de avaliar a integridade final do compósito, as amostras foram divididas em três grupos, baseados na orientação do reforço, alinhado (EG30/ALI), aleatório (EG30/ALE) e bidimensional com fibras nos eixos de $0^{\circ}/90^{\circ}$ (EG30/BID). De forma geral, ambas amostras alcançaram endentações menores que os 44 mm, TAB.4.18, como exigido pela norma NIJ 0101-04 (2000).

TAB. 4.18 – Profundidade de indentação para a segunda camada epóxi/guarumã-30% para diferentes configurações de reforço.

Amostra	EG30/ALI	EG30/ALE	EG30/BID
1	34,33	28,8	27
2	33,27	26,86	31,13
3	31,20	33,06	24,4
Média	32,93	29,58	27,51
DP*	± 1,59	± 3,17	± 3,39

DP* - Desvio Padrão

A análise de variância das médias, TAB. 4.19, apresenta estatística F calculada (2,79) menor que o $F_{\text{crítico}}$ (5,14). Logo, as médias de penetração não são significativamente diferentes com nível de confiança de 95%. Portanto, pode-se afirmar a forma como as fibras são dispostas na matriz epoxídica não altera diretamente a eficiência da blindagem, ao menos em termos de profundidade de indentação

TAB. 4.19 – Análise de variância da profundidade de penetração dos compósitos reforçados com fibras de guarumã.

Fonte da variação	<i>SQ</i>	<i>GL</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	44,93	2	22,47	2,79	5,14
Dentro dos grupos	48,26	6	8,04		
Total	93,20	8			

Entretanto, no ponto de vista de integridade estrutural do compósito, FIG.4.9, fica claro que a configuração bidimensional das fibras reduz o aparecimento de fragmentos e trincas em comparação as outras amostras testadas, assim como já registrado em outros trabalhos (BRAGA, 2015; GARCIA FILHO, 2019).

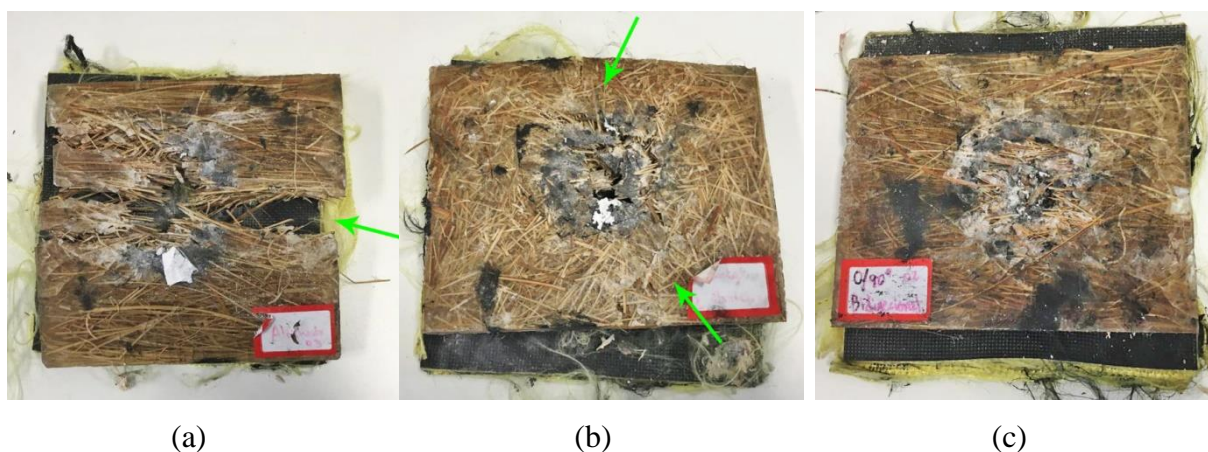


FIG. 4.9 – Integridade estrutural dos compósitos com diferentes formas de deposição das fibras de guarumã: (a) EG30/ALI; (b) EG30/ALE; e (c) EG30/BID.

É válido salientar que nenhuma das amostras sofreu perfuração pelo projétil, além de permanecerem sempre com indentações máximas de 34,33 mm nas amostras com fibras alinhadas. Entretanto, como destacado nas FIG. 4.9 (a) e (b), as amostras EG30/ALI e EG30/ALE sofreram trincas transversais pelo compósito, chegando a delaminar a amostra EG30/ALI. Garcia Filho (2019) cita não ter encontrado diferença estatística sobre a energia

dissipada em seu estudo sobre o efeito da deposição das fibras de piaçava em matriz epóxi. Entretanto, a configuração do reforço afeta a integridade do material pós-ensaio balístico, sendo as configurações com mais de uma direção as com melhores resultados estruturais assim como pode ser visto nas FIG. 4.9 (b) e (c) do presente trabalho (COSTA, 2019; GARCIA FILHO, 2019).

Por outro lado, micrografias de MEV (FIG. 4.10) feitas na superfície de um dos fragmentos, mostra a aderência de partículas cerâmicas sobre as fibras de guarumã. Primeiramente, na FIG. 4.10 (a) podem-se observar inúmeras partículas cerâmicas distribuídas ao longo da fibra. Maiores ampliações em MEV (2000 x) na FIG 4.10 (b) mostram os fragmentos cerâmicos incrustados, além de indícios da retenção de partículas por forças eletrostáticas e/ou de Van der Waals (BRAGA, 2015). Além disso, outros pontos da amostra, FIG. 4.10 (c) e (d), capturaram indícios de partículas cerâmicas em regiões de descolamento de fibrilas, ou seja, em possíveis regiões ricas em hemicelulose e lignina (FIG. 4.10 (d)).

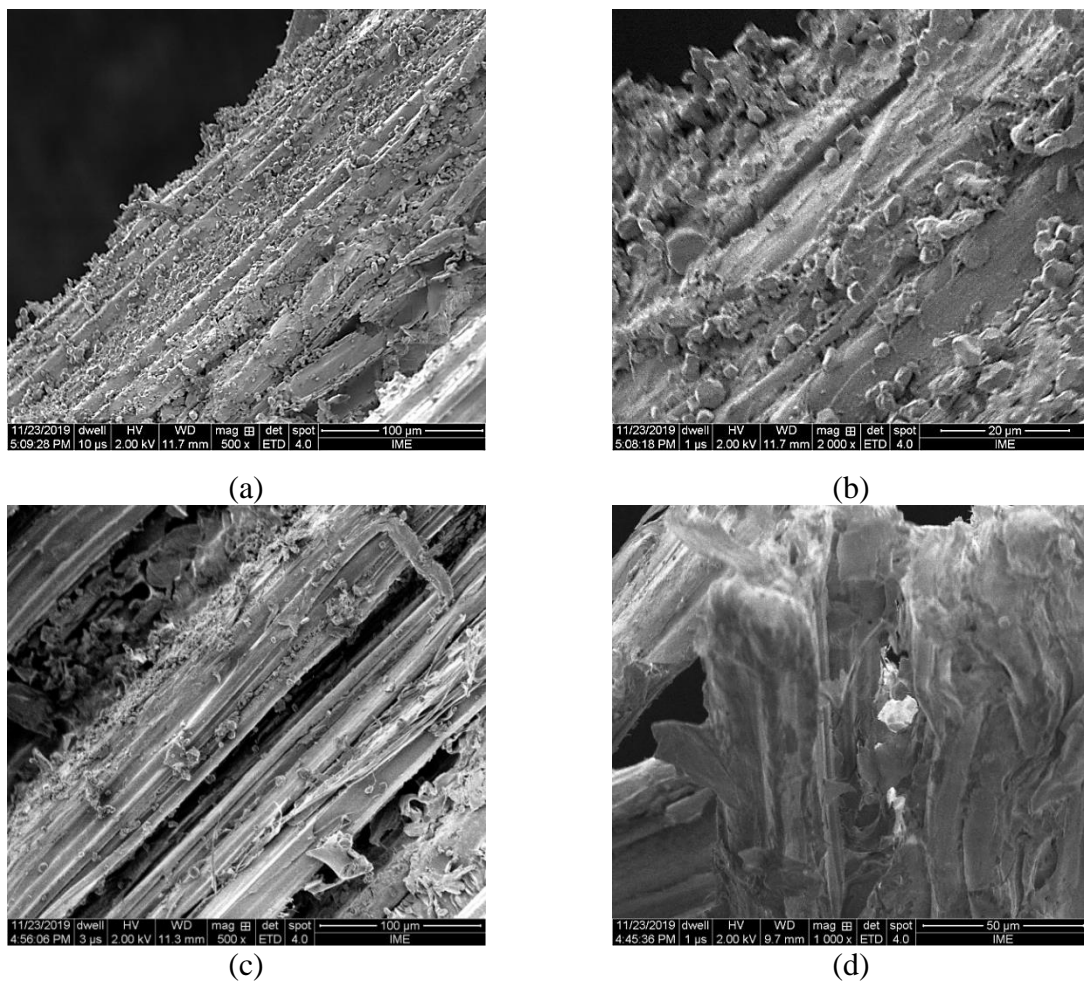


FIG. 4.10 – Imagens em MEV da camada intermediária (epóxi/guarumã-30%); (a) Aderência das partículas cerâmicas; (b) Ampliação da superfície aderida; (c) Fibrilas separadas pelo impacto balístico e (d) partícula cerâmica encrustada fora da microfibrila.

Alguns dos mecanismos de fratura atuantes na absorção da energia podem ser observados na FIG. 4.11. A primeira micrografia (400 ×), FIG. 4.11 (a), trata-se de uma fibra de guarumã como recebida. É possível observar que a fibra apresenta três fraturas transversais de um lado, enquanto do outro lado da imagem pode ser observado um pequeno desprendimento de microfibrila. Na próxima micrografia (400 ×), FIG. 4.10 (b), tem-se o fragmento do compósito pós-ensaio com indicações de ruptura longitudinal ao longo do filamento, descolamento fibra/matriz. Além disso, detalhes sobre a FIG. 4.11 (b), demonstram aspectos de trincamento e delaminação da matriz, tipificados pela clivagem de planos e marcas de rio, como pode ser visto na FIG. 4.11 (c).

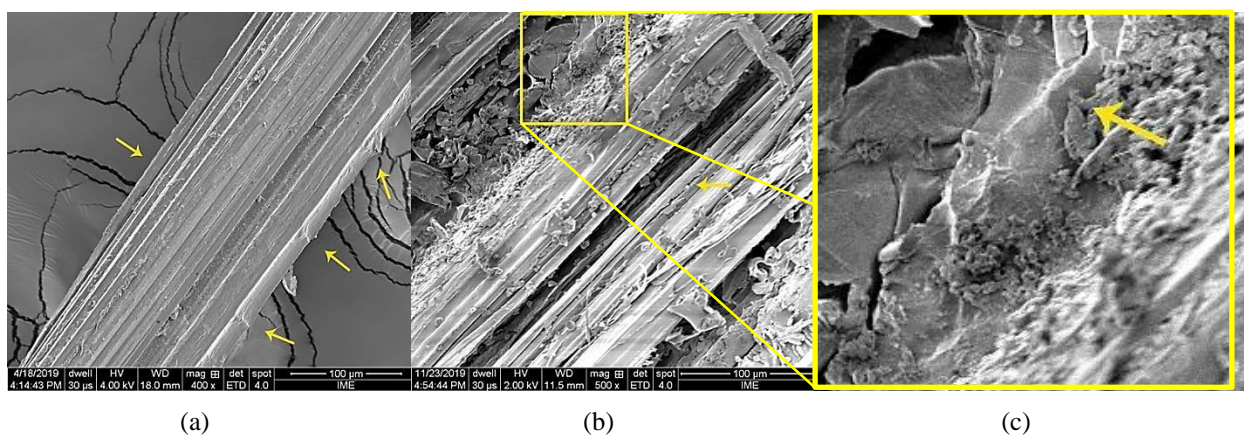


FIG. 4.11 – Comparação superficial entre as fibras antes e após ensaio balístico; (a) Estrutura fibrilar como recebida; (b) Fibras com descolamentos e trincas pós-ensaio balístico ; (c) Ampliação da região destacada na figura ao lado contendo registros de fratura frágil da matriz caracterizada por marcas de rio.

A avaliação balística segue com o ensaio de velocidade residual da camada intermediária EG30/BID que apresentou melhor integridade física pós-ensaio do SBM sobre a plastilina. Para avaliar a velocidade limite (V_L) e a energia absorvida (E_{abs}) desse material, foram mensurados a cada disparo, tanto a velocidade de impacto (V_i), quanto a velocidade residual (V_r) do projétil, sendo todos os CPs perfuradas pela munição. A TAB. 4.20 apresenta os resultados médios assim como os parâmetros Weibull encontrada para a camada intermediária EG30/BID.

TAB. 4.20 – Energia absorvida pelo compósito EG30/BID.

Propriedade	Média	Desvio Padrão	β	θ	R^2
V_i (m/s)	254,67	12,83	21,66	260,82	0,96
E_{abs} (J)	105,53	10,59	10,83	110,32	0,96

Tanto para a velocidade limite (255 m/s), quanto para a energia absorvida (105 J) foi relatado altos valores de β (módulo de Weibull), e quanto maior este parâmetro, menor é a dispersão dos valores, o que demonstra uma distribuição estreita de indentações. Além disso, ambas as propriedades apresentaram o mesmo coeficiente de correlação ($R^2 = 0,96$), revelando uma distribuição homogênea de alta representatividade estatística dos resultados.

Conforme a literatura (DA SILVA, 2014; DA CRUZ, 2015; ARAÚJO, 2015; NASCIMENTO, 2019), o compósito EG30/BID apresenta V_L e E_{abs} compatíveis a de outros compósitos epoxídicos reforçados com FNL, como juta, bambu, sisal e curauá. A TAB. 4.21 apresenta os resultados de velocidade limite e energia absorvida para os compósitos supracitados e demais camadas utilizadas no SBM deste trabalho, como, a pastilha cerâmica ($Al_2O_3 + 4\%Nb_2O_5$) e o tecido de aramida.

TAB. 4.21 – Comparação entre as velocidades limites e energias absorvidas dos compósitos epoxídicos reforçados em 30% vol. de fibra e outros componentes do SBM.

Material	\bar{V}_l	\bar{V}_r	V_L (m/s)	E_{abs} (J)	Projétil	Referência
Epóxi-guarumã-30% (Fibra)	321 ± 5	194 ± 14	254,67	105,53	. 22	PT*
Epóxi-curauá-30% (Fibra)	848 ± 6	835 ± 4	147,65	106,16	762 x 55 mm	DA SILVA, 2014
Epóxi-sisal-30% (Fibra)	845 ± 4	821 ± 4	188,09	171,58	762 x 55 mm	ARAÚJO, 2015
Epóxi-bambu-30% (Fibra)	845 ± 3	824 ± 5	198,28	190,67	762 x 55 mm	DA CRUZ, 2015
Epóxi-malva-30% (Fibra)	840 ± 11	808 ± 11	229,54	256,02	762 x 55 mm	NASCIMENTO, 2019
Epóxi-100%	848,08 ± 6	817,01 ± 9	227,02	250,73	762 x 55 mm	NASCIMENTO, 2019
Tecido de Aramida (16 camadas)	862 ± 7	832 ± 9	212,00	221	762 x 55 mm	BRAGA, 2015
$Al_2O_3 + 4\%Nb_2O_5$	848 ± 5	567 ± 4	629,25	1920,41		DA SILVA, 2014

*PT – Presente Trabalho.

A primeira camada ($Al_2O_3 + 4\%Nb_2O_5$), como pode ser observado na TAB. 4.21, absorve a maior parte da energia de impacto (1920 J) em um SBM. Essa quantidade de energia absorvida pela pastilha cerâmica é justificada pela sua alta resistência compressiva (DA SILVA, 2014), além de ser sua principal função no sistema balístico (MONTEIRO, 2019).

Em geral, os valores da velocidade limite (V_L), para os compósitos EG30/BID, foram superiores quando comparados aos demais compósitos epoxídicos da TAB. 4.21. Este comportamento pode ser explicado pela configuração biaxial das fibras, próximas a de um tecido, propiciando uma distribuição de tensões mais uniforme quando solicitadas pelo impacto frontal (HOSUR *et al.*, 2004). Entretanto, a energia absorvida do compósito epóxi-guarumã-30% (Fibra), demonstrou ser a menor entre os compósitos epoxídicos, mas próximo à energia absorvida do compósito epóxi-curauá-30% (Fibra).

5 CONCLUSÃO

- 1) Através da análise de microscopia eletrônica de varredura, verificou-se que as fibras de guarumã possuem morfologia rugosa com presença de descolamentos de matriz (hemicelulose/lignina) em sua superfície, causados pelo método de extração em via úmido da fibra. A fratura criogênica da fibra revela uma seção transversal de geometria elipsoidal com dois aspectos morfológicos aparentemente relacionados a parte interna (lúmen) e externa (microfibrilas) da planta.
- 2) Análise dos constituintes químicos da fibra está diretamente relacionado com sua baixa densidade de $0,59 \text{ g/cm}^3$, registrando 39,70% de celulose e 40,36% de hemicelulose, 10,53% de lignina e 9,42% de outros extrativos como sais, açúcares e polissacarídeos (solúveis em água), ou ainda, ácidos ou ésteres graxos, alcoóis de cadeia longa, ceras, resinas, esteroides, e compostos fenólicos e glicosídeos (solúveis em solventes orgânicos).
- 3) Através dos padrões de DRX gerados a partir das fibras de guarumã, calculou-se o ângulo microfibrilar com valor em torno de $7,8^\circ$, assim como, os índices de cristalinidade pelos métodos dos picos com 60% e das áreas com 67%.
- 4) Pela termogravimetria pode-se detectar três intervalos com perda significativa de massa, sendo o primeiro em 52°C referente à perda de umidade, e o segundo intervalo em torno de 256°C a 346°C que está diretamente relacionado a degradação dos microconstituintes da fibra;
- 5) Foram encontradas nas fibras de guarumã diferentes propriedades mecânicas entre fibras finas ($\phi \leq 330 \mu\text{m}$) e grossas ($330 \mu\text{m} < \phi \leq 1200 \mu\text{m}$). Fibras finas possuem resistência à tração (612 MPa) e módulo de elasticidade (2,95 GPa) maiores em relação as fibras grossas com $\sigma = 96,01 \text{ MPa}$ e $E = 2,50 \text{ GPa}$. Entretanto, considerando todos os diâmetros de fibra, os resultados de resistência à tração, módulo de elasticidade e alongamento das fibras de guarumã são de 227 MPa, 4,12 GPa e 5,77%, respectivamente.
- 6) Entre os compósitos reforçados com 10, 20 e 30% de fibras de guarumã, pode-se constatar que o reforço com 30% apresentou melhor desempenho, tanto nos ensaios de tração quanto de impacto. Para essas amostras foram registrados resistência a tração de

52,75 MPa e módulo de elasticidade igual a 1,69 GPa. Além disso, após a análise de variância pode-se confirmar que de fato as frações volumétricas de fibra interferem diretamente nas propriedades finais do compósito.

- 7) Pelo ensaio balístico realizado no SBM para diferentes configurações de fibra da camada intermediária epóxi/guarumã-30%, constatou-se que a forma como as fibras são depositadas (alinhadas, aleatórias e bidirecionais) na matriz não altera estatisticamente a profundidade de endentação causada pelo impacto do projétil. Entretanto, após o ensaio fica evidente que compósitos com fibras dispostas em mais de um eixo de direção (fibras aleatórias e bidirecionais) apresentam melhor integridade estrutural, sendo o melhor resultado referente aos compósitos bidirecionais com porções de fibras intercaladas entre 0° e 90°.
- 8) O ensaio de velocidade residual foi realizado nos compósitos epóxi/guarumã-30% com porções de fibras intercaladas entre 0° e 90° (bidirecionais). Nesse ensaio foram constatados para o compósito citado, a velocidade limite de 256,67 m/s e energia absorvida de 105,53 J.
- 9) Todos os sistemas de blindagem multicamada, independente da configuração em que as fibras foram dispostas na matriz, atenderam as especificações da norma americana NIJ 0101.06 (2008) com endentação máxima de 34,33 mm para a amostra EG30/ALI, sendo este valor inferior aos 44 mm exigidos pela norma.
- 10) Comparado a outras fibras naturais, o compósito EG30/BID apresentou indentação média de 27,51 mm, menor que os 28 mm encontrados no compósito epoxídico com 30% de manta de curauá (BRAGA, 2017). Entretanto, essa profundidade de indentação é superior aos 21,95 mm registrados nos compósitos de poliéster reforçados com 30% de fibras de curauá (BRAGA, 2015) e os 26,57 mm registrados em compósitos epoxídicos reforçados com 40% da mesma fibra (COSTA, 2019). Entre outros compósitos epoxídicos, as fibras de guarumã ainda apresentaram endentação maior que de outras FNLs, como, a fibra de ramie, a manta de coco, e as fibras e plaquetas de bambu (BRAGA, 2018; LUZ, 2017; DA CRUZ, 2015). Portanto, pode-se concluir que apesar do seu bom desempenho balístico, as fibras de guarumã possuem menor capacidade de reter a profundidade de endentação em comparação a outras FNLs.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar compósitos reforçados com frações de 40, 50 e 60% de fibras de guarumã buscando definir a melhor relação de porcentagem volumétrica segura de fibra x desempenho balístico;
- Estudar o comportamento balístico das fibras de guarumã em outras matrizes poliméricas como o poliéster;
- Realizar um estudo aprofundado sobre a impedância de choque dos materiais que compõem o SBM;
- Avaliar o comportamento balístico das fibras de guarumã em outros níveis de proteção de SBMs;
- Verificar a influência de tratamentos químicos realizados na superfície da fibra de guarumã.
- Substituir o reforço de fibras pelo tecido/trama de guarumã na fabricação dos compósitos para então avaliar tanto sua propriedade individual, quanto o seu efeito em SBMs.

7 REFERÊNCIAS

- ABDAL-HAY, A. et al. **Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites.** International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, Springer, v. 13, n. 7, p. 1199–1206, 2012.
- ABE, H.; OHTANI, J.; FUKAZAWA, K. **Fe-sem observations on the microfibrillar orientation in the secondary wall of tracheids.** IAWA Journal, Brill, v. 12, n. 4, p. 431–438, 1991.
- ABE, H.; OHTANI, J.; FUKAZAWA, K. **Microfibrillar orientation of the innermost surface of conifer tracheid walls.** IAWA Journal, Brill, v. 13, n. 4, p. 411–417, 1992.
- ABNT NBR 15000. **Blindagens para impactos balísticos - classificação e critérios de avaliação,** 2005.
- ABTCP - M3/69, Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel. **Métodos de ensaio.** Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel, São Paulo. Brazil, 1974.
- ALSALLAL, S.; TUNNICLIFFE, M.; AVCI, E. **Non-Destructive Evaluation of Soft Body Armour Condition using Fourier Transform Infrared Spectroscopy.** In 2018 43rd International Conference on Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves (IRMMW-THz), p. 1-2. IEEE, 2018.
- ALVES, C. et al. **Ecodesign of automotive components making use of natural jute fiber composites.** Journal of Cleaner Production, Elsevier, v. 18, n. 4, p. 313–327, 2010.
- ANTUNES, B.; MATHEUS, L. **The cartography of violence on facebook and the experience of fear,** INTERIN, v. 24, n°1, 2019.
- AR, S.; SV, P. **Natural fibres and agrowastes as fillers and reinforcement in polymer composites.** Journal Science and Research, v. 44, p. 437–442, 1985.
- ASSIS, F.S. **Comportamento balístico de blindagem multicamadas com compósitos de poliéster reforçados com fibras de juta.** Dissertação de Mestrado do Curso de PósGraduação em Ciência dos Materiais no Instituto Militar de Engenharia, 2016.
- ASSIS, F. S. de et al. **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 C1557-14, A. **Standard test method for tensile strength and young's modulus of fibers.** 2014.
- ASTM D256-10, **Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics.** West Conshohocken, PA, 2018.
- ASTM D30, ASTM International. **Standards and Literature References for Composite Materials.** [S.l.]: ASTM International, 1990.
- ASTM D3039/D3039M-17. ASTM International. **Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials,** 2017.
- ASTM D3800-99, ASTM International. **Standard Test Method for Density of High-Modulus Fibers.** [S.l.:s.n.], 2010.
- ASTM E1721-01, **Standard Test Method for Determination of Acid-Insoluble Residue in Biomass,** ASTM International, West Conshohocken, PA, 2001.
- BENZAÏT, Z.; TRABZON, L. **A review of recent research on materials used in polymermatrix composites for body armor application,** Journal of Composite Materials, v. 52, n. 23, p. 3241–3263, 2018.
- BHATNAGAR, A. **Lightweight ballistic composites: military and law-enforcement applications.** [S.l.]: Woodhead Publishing, 2016.
- BLASS, A. **Processamento de polímeros.** [S.l.]: Ed. da UFSC, 1988.
- BLEDZKI, A.; GASSAN, J. **Composites reinforced with cellulose based fibres.** Progress in polymer science, Elsevier, v. 24, n. 2, p. 221–274, 1999.
- 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 no Instituto Militar de Engenharia. 2015.
- BRAGA, F. d. O. et al. **Ballistic efficiency of multilayered armor systems with sisal fiber polyester composites.** Materials Research, SciELO Brasil, v. 20, p. 767–774, 2017.
- BRAGA, F. de O. et al. **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.
- BRÄNDSTRÖM, J.; BARDAGE, S.L.; DANIEL, G.; NILSSON, T. **The structural organisation of the S1 cell wall layer of Norway spruce tracheids.** IAWA Journal, 24(1), pp.27-40, 2003.

- BRÄNDSTRÖM, J. **Microfibril angle of the S1 cell wall layer of Norway spruce compression wood tracheids**. IAWA Journal, 25(4), pp.415-423, 2004.
- BRASIL, Departamento Logístico do Ministério da Defesa. **Normas Reguladoras da Avaliação Técnica, Fabricação, Aquisição, Importação e Destruição de Coletes à Prova de Balas, e dá providências**. Brasília-DF. 2006.
- BRASIL, MINISTÉRIO DA JUSTIÇA. **Edital de Pregão Eletrônico no 15/2014 - Aquisição de Coletes Balísticos**. Processo No 08106.000291/2013-92. [S.l.], 2014.
- BRASIL, MINISTÉRIO DA JUSTIÇA E SEGURANÇA PÚBLICA. **Edital de Pregão Eletrônico no 11/2017 - Registro de Preços Coletes Balísticos nível III**. Processo No 08106.000756/2017-39. [S.l.], 2017a.
- BRASIL, M. d. D. **Colete de proteção balística nível iii. Especificação Técnica Nr**, Comando Logístico do Exército Brasileiro. Diretoria de Abastecimento, n. 88/2017b, 2017.
- BRASIL, GABINETE, DE INTERVENÇÃO FEDERAL. **Termo de Especificação do Objeto no 03/2018 - GIFRJ - Aquisição de Coletes Balísticos**. Processo No 0000144.00001643/2018-73. [S.l.], 2018.
- BROUTMAN, L.; KROCK, R. **Modern Composite Materials Addison**. [S.l.]: Wesley Publishing Company, 1967.
- BURHENNE, L.; MESSMER, J.; AICHER, T.; LABORIE, M.P. **The effect of the biomass components lignin, cellulose and hemicellulose on TGA and fixed bed pyrolysis**. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, v.101, p.177-184, 2013.
- CALLISTER, W. R. **Dg ciência e engenharia dos materiais—uma introdução**. 9. Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.
- CAVE, I. **X-ray measurement of microfibril angle**. Forest Prod J, v. 16, p. 37–42, 1966.
- CHAGAS, C. d. M. **Minimização do efeito de aresta em blindagem cerâmica à base de alumina**. Tese (Doutorado) — Tese de Doutorado, Instituto Militar de Engenharia, 2014, 160p, 2014.
- CHAND, N.; TIWARY, R.; ROHATGI, P. **Bibliography resource structure properties of natural cellulosic fibres annotated bibliography**. Journal of Materials Science, Springer, v. 23, n. 2, p. 381–387, 1988.

- CHAWLA, K. K. **Composite materials: science and engineering**. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2012.
- CHEN, H.; MIAO, M.; DING, X. **Influence of moisture absorption on the interfacial strength of bambu o/vinyl ester composites**. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, v.40, n.12, p. 2013-2019, 2009.
- CLYNE, T.; HULL, D. **An introduction to composite materials**. [S.l.]: Cambridge university press, 2019.
- COSTA MO, d. S. F. d. S. F. A. S. **Ensaio de tração e de absorção de água em compósitos de resina poliéster e fibra da tala de Guarumã**. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciencia dos Materiais. [S.l.: s.n.]. v. 21, p. 3736 – 3741, 2014
- COSTA, U.O., **Comportamento balístico de blindagem multicamada com cerâmica frontal e compósito de matriz epóxi reforçada com fibras de curauá funcionalizadas com óxido de grafeno**. Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais no Instituto Militar de Engenharia. 2019.
- D'ÁGUA, R.B.; BRANQUINHO, R.; DUARTE, M.P.; MAURÍCIO, E.; FERNANDO, A.L.; MARTINS, R.; FORTUNATO, E. **Efficient coverage of ZnO nanoparticles on cotton fibres for antibacterial finishing using a rapid and low cost in situ synthesis**. *New Journal of Chemistry*, v.42(2), p.1052-1060, 2018.
- DA CRUZ, R.B. **Avaliação do Comportamento Balístico de Blindagem Multicamada com Compósitos de Epóxi Reforçados com Fibras de Bambu**. Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais no Instituto Militar de Engenharia. 2015.
- DONALDSON, L. **Microfibril angle: measurement, variation and relationships—a review**. *Iawa Journal*, Brill, v. 29, n. 4, p. 345–386, 2008.
- EICHHORN, S. et al. **Current international research into cellulosic fibres and composites**. *Journal of materials Science*, Springer, v. 36, n. 9, p. 2107–2131, 2001.
- ESPINOSA, M., VALENCIA, B.A.R.; MORENO CONTRERAS, G.G. **Physical-Mechanical Characterization of Moriche Natural Fibre (Mauritia flexuosa) and Composite with Bio-epoxy Resin**. *Strojnicki Vestnik/Journal of Mechanical Engineering*, v.65(3), 2019.
- EVANS, R. **A variance approach to the X-ray diffractometric estimation of microfibril angle in wood**. *Appita J*, v. 52, p.294. , 1999.

- FARUK, O. et al. **Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010**. Progress in polymer science, Elsevier, v. 37, n. 11, p. 1552–1596, 2012.
- FOLKES, M. **Short fiber reinforced thermoplastics**. JOHN WILEY & SONS, INC., 605 THIRD AVE., NEW YORK, NY 10158, 1982, 192, 1982.
- GARCIA FILHO, F., DEMOSTHENES, L.C., OLIVEIRA, M.S. and MONTEIRO, S.N. **Evaluation on the Design of Piassava Fiber Reinforcement Epoxy Matrix Composite for Ballistic Application**. In Green Materials Engineering. Springer, Cham, p. 151-160, 2019.
- GOMES, A. V. **Comportamento balístico da alumina com adição de nióbia e variação da geometria do alvo**. Tese (Doutorado) — Tese de Doutorado, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2004.
- GUIMARÃES, J. et al. **Characterization of banana, sugarcane bagasse and sponge gourd fibers of Brazil**. Industrial Crops and Products, Elsevier, v. 30, n. 3, p. 407–415, 2009
- 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, 56(4), pp.702-736, 2016.
- HAN, S.O.; CHOI, H.Y. **Morphology and surface properties of natural fiber treated with electron beam**. Microsc Sci, Technol, Appl Educat, v. 3, p.1880-1887, 2010.
- HAZELL, P. J. **Armour: materials, theory, and design**. [S.l.]: CRC Press, 2015.
- HOSUR, M. V.; VAIDYA, U. K.; ULVEN, C.; JEELANI, S. **Performance of stitched/unstitched woven carbon/epoxy composites under high velocity impact loading**. Composite Structures, v.64, p.455–466. 2004.
- JACOBS, M.; DINGENEN, J. V. **Ballistic protection mechanisms in personal armour**. Journal of Materials Science, Springer, v. 36, n. 13, p. 3137–3142, 2001.
- JOHN, M. J.; THOMAS, S. **Biofibres and biocomposites**. Carbohydrate polymers, Elsevier, v. 71, n. 3, p. 343–364, 2008.
- KELLOGG, R.M.; SASTRY, C.B.R.; WELLWOOD, R.W. **Relationships between cell-wall composition and cell-wall density**. Wood and Fiber Science, v. 7(3), p.170-177, 2007.
- KIM, J.-K.; MAI, Y.-W. **Engineered interfaces in fiber reinforced composites**. [S.l.]: Elsevier, 1998.

- KRETSCHMANN, D.E.; ALDEN, H.A.; VERRILL, S. **Variations of microfibril angle in loblolly pine: Comparison of iodine crystallization and X-ray diffraction techniques. Microfibril angle in wood.** New Zealand: University of Canterbury, p.157-176, 1998.
- KRISHNAN, K. et al. **Numerical simulation of ceramic composite armor subjected to ballistic impact.** Composites Part B: Engineering, Elsevier, v. 41, n. 8, p. 583–593, 2010.
- LEE, B.; SONG, J.; WARD, J. **Failure of spectra polyethylene fiber-reinforced composites under ballistic impact loading.** Journal of Composite Materials, TECHNOMIC PUBLISHING CO., INC. 851 New Holland Avenue, Box 3535, Lancaster , v. 28, n. 13, p. 1202–1226, 1994.
- LEE, Y. S.; WETZEL, E. D.; WAGNER, N. J. **The ballistic impact characteristics of Kevlar woven fabrics impregnated with a colloidal shear thickening fluid.** Journal of materials science, Springer, v. 38, n. 13, p. 2825–2833, 2003.
- LOURO, L.; LINDFORS, A.; MEYERS, M. **Stress-wave-induced damage in alumina.** Le Journal de Physique Colloques, EDP Sciences, v. 49, n. C3, p. C3–333, 1988.
- LOURO, L. H.; MEYERS, M. A. **Effect of stress state and microstructural parameters on impact damage of alumina-based ceramics.** Journal of materials science, Springer, v. 24, n. 7, p. 2516–2532, 1989.
- LUZ, F. D. **Avaliação do Comportamento Balístico de Blindagem Multicamada dom Compósito de Epóxi Reforçado com Fibra de Juta.** Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, 2014.
- LUZ, F. S. d. et al. **Ballistic application of coir fiber reinforced epoxy composite in multilayered armor.** Materials Research, SciELO Brasil, v. 20, p. 23–28, 2017.
- MADHU, V. et al. **An experimental study of penetration resistance of ceramic armour subjected to projectile impact.** International journal of impact engineering, Elsevier, v. 32, n. 1-4, p. 337–350, 2005.
- MALLICK, P. K. **Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design.** [S.l.]: CRC press, 2007.
- MEDVEDOVSKI, E. **Ballistic performance of armour ceramics: Influence of design and structure. part 1.** Ceramics International, Elsevier, v. 36, n. 7, p. 2103–2115, 2010.

- MEDVEDOVSKI, E. **Ballistic performance of armour ceramics: Influence of design and structure. part 2.** Ceramics International, Elsevier, v. 36, n. 7, p. 2117–2127, 2010.
- MEYERS, M.A. **Dynamic behavior of materials.** New York: John Wiley & Sons, 1994.
- MISHRA, V.; BISWAS, S. **Physical and mechanical properties of bi-directional jute fiber epoxy composites.** Procedia engineering, Elsevier, v. 51, p. 561–566, 2013.
- MOHANTY, A.; MISRA, M. **Studies on jute compositesa literature review.** Polymer-Plastics Technology and Engineering, Taylor & Francis, v. 34, n. 5, p. 729–792, 1995.
- MOHANTY, A. et al. **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.
- MONTEIRO, S. N. et al. **Propriedades de compósitos de tecido de juta descartado reforçando matriz de polietileno reciclado.** Revista Matéria, v. 11, n. 4, p. 403–411, 2006.
- MONTEIRO, S. N. et al. **Natural-fiber polymer-matrix composites: cheaper, tougher, and environmentally friendly.** Jom, Springer, v. 61, n. 1, p. 17–22, 2009.
- MONTEIRO, S. N. et al. **Natural lignocellulosic fibers as engineering materialsan overview.** Metallurgical and Materials Transactions A, Springer, v. 42, n. 10, p. 2963, 2011.
- MONTEIRO, S. N. et al. **Characterization of banana fibers functional groups by infrared spectroscopy.** In: TRANS TECH PUBL. Materials Science Forum. [S.l.], v. 775, p. 250–254, 2014.
- MONTEIRO, S. N. et al. **Unlocking function of aramid fibers in multilayered ballistic armor.** Metallurgical and materials transactions A, Springer, v. 46, n. 1, p. 37–40, 2015.
- MONTEIRO, S. et al. **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.
- MONTEIRO, S.N.; DRELICH, J.W.; LOPERA, H.A.C.; NASCIMENTO, L.F.C.; DA LUZ, F.S.; DA SILVA, L.C.; DOS SANTOS, J.L.; DA COSTA GARCIA FILHO, F.; DE

- ASSIS, F.S.; LIMA, É.P.; PEREIRA, A.C. **Natural Fibers Reinforced Polymer Composites Applied in Ballistic Multilayered Armor for Personal Protection—An Overview.** In Green Materials Engineering (pp. 33-47). Springer, Cham, 2019.
- MORYE, S. et al. **Modelling of the energy absorption by polymer composites upon ballistic impact.** Composites science and technology, Elsevier, v. 60, n. 14, p. 2631–2642, 2000.
- MUKHERJEA, R.; PAL, S.; SANYAL, S. **Studies of jute fiber composites with polyestamide polyols as interfacial agent.** Journal of applied polymer science, Wiley Online Library, v. 28, n. 10, p. 3029–3040, 1983.
- MWAIKAMBO, L. Y.; ANSELL, M. P. **Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization.** Journal of applied polymer science, Wiley Online Library, v. 84, n. 12, p. 2222–2234, 2002.
- NASCIMENTO, L. **Caracterização Do Compósito Epóxi-fibra De Malva Para Emprego Em Blindagem Balística Multicamada.** Tese (Doutorado) — Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais no, 2017.
- NASCIMENTO, L.F.C.; MONTEIRO, S.N.; DOS SANTOS, J.L.; COSTA, U.O.; DEMOSTHENES, L.C. **Evaluation of the Absorbed Energy and Velocity Limits of Reinforced Epoxy Composites with Mallow Natural Fibers Used in Ballistic Protection.** In Green Materials Engineering. Springer, Cham, p. 185-192, 2019.
- NASCIMENTO, L.F.C.; MONTEIRO, S.N.; COSTA, U.O.; DEMOSTHENES, L.C. **Izod Impact Test on Epoxy Composites Reinforced with Mallow Fibers.** In Green Materials Engineering (pp. 143-149). Springer, Cham. , 2019b.
- NEB, D. E. B. **Especificação provisória do colete de proteção balística nível iii - operacional.** Texto-base DS/CI II Portaria, Comando Logístico do Exército Brasileiro. Ministério da Defesa, n. 012/2009, 2009.
- NIJ. STANDARD 0101.04. **Ballistic Resistance of Personal Body Armor.** U.S. Department of Justice/Office of Justice Programs - National Institute of Justice, 2000.
- NIJ. STANDARD 0101.06. **Ballistic Resistance of Personal Body Armor.** U.S. Department of Justice/Office of Justice Programs - National Institute of Justice, 2008.
- OLIVEIRA, J; POTIGUARA, R. C. de V.; LOBATO, L. C. B. **Fibras vegetais utilizadas na pesca artesanal na microrregião do salgado, pará.** Boletim do Museu Paraense Emílio Goeldi. Ciências Humanas, Museu Paraense Emílio Goeldi, v. 1, n. 2, p. 113–127, 2006.

- ÓRFÃO, J. J. M.; FIGUEIREDO, J. L. **A simplified method for determination of lignocellulosic materials pyrolysis kinetics from isothermal thermogravimetric experiments.** *Termochimica Acta*, Amsterda, n. 380, p. 67-78, 2001.
- ÖZPARPUCU, M.; GIERLINGER, N.; CESARINO, I.; BURGERT, I.; BOERJAN, W.; RÜGGERBERG, M. **Significant influence of lignin on axial stiffness of poplar wood at low microfibril angle under wet conditions.** *Journal of experimental botany*, 2019.
- PAGE, D.H. **A method for determining the fibrillar angle in wood tracheids.** *Journal of Microscopy*, v. 90(2), p. 137-143, 1969.
- PAL, P. **Jute reinforced plastics: a low cost composite material.** *Plastics and Rubber Processing and Applications*, v. 4, n. 3, p. 215–219, 1984.
- PARDINI, L. C.; NETO, F. L. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia.** Edição. Ed. Edgard Blucher. São Paulo, 2006.
- PARIKH, D.; THIBODEAUX, D.; CONDON, B. **X-ray crystallinity of bleached and crosslinked cottons.** *Textile Research Journal*, Sage Publications Sage UK: London, England, v. 77, n. 8, p. 612–616, 2007.
- 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*, 83, pp.98-112, 2016.
- PEÇAS, P. et al. **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.; DE ASSIS, F.S.; GARCIA FILHO, F.; OLIVEIRA, M.S.; DEMOSTHENES, L.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*, v.8(5), p.4221-4226, 2019.
- PINHEIRO M.A.; GOMES, L.G.; SILVA, A.C.R.D.; CANDIDO, V.S.; REIS, R.H.M.; MONTEIRO, S.N. **Guaruman: a Natural Amazonian Fiber with Potential for Polymer Composite Reinforcement.** *Materials Research*, v.22, 2019.
- PINHEIRO, M. A. et al. **Determinação das propriedades de tração de compósitos de matriz epóxi reforçados com fibra de Guarumã.** 2018.

- RAO, K. M. M.; RAO, K. M. **Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bambu o.** Composite structures, Elsevier, v. 77, n. 3, p. 288–295, 2007.
- REIS, R. H. M.; CÂNDIDO, V.S.; NUNES, L.F.; MONTEIRO, S.N. **Chemical and morphological characterization of guaruman fiber.** In: **Green Materials Engineering.** Springer, p. 107–113, 2019.
- RAGHAVENDRA, G. et al. **Jute fiber reinforced epoxy composites and comparison with the glass and neat epoxy composites.** Journal of Composite Materials, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 48, n. 20, p. 2537–2547, 2014.
- ROMANZINI, D. et al. **Preparation and characterization of ramie-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites.** Materials Research, SciELO Brasil, v. 15, n. 3, p. 415–420, 2012.
- 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. R.; 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;172:566-81, 2018.
- SANJAY, M.R.; 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, v. 207, p.108-121, 2019.
- SANTOS, N. S. S.; CARNEIRO, S. C. P.; MARTINS, H. d. S. **Utilização do trançado de palha como estratégia para o desenvolvimento sustentável do setor moveleiro.** In: SIMPÓSIO DE ENGENHARIA DE PRODUÇÃO. [S.l.: s.n.], 2005. v. 13, p. 2005.
- SATYANARAYANA, K. et al. **Structure and properties of some vegetable fibres.** Journal of materials science, Springer, v. 21, n. 1, p. 57–63, 1986.
- SATYANARAYANA, K. et al. **Fabrication and properties of lignocellulosic fiber-incorporated polyester composites.** Hand book of ceramic and composite, v. 1, p. 339–386, 1990.
- SATYANARAYANA, K. G.; ARIZAGA, G. G.; WYPYCH, F. **Biodegradable composites based on lignocellulosic fibersan overview.** Progress in polymer science, Elsevier, v. 34, n. 9, p. 982–1021, 2009.

- SEGAL, L. et al. **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.
- SILVA, L. C. D. **Comportamento balístico de compósitos epóxi–fibra natural em blindagem multicamada.** Tese (Doutorado) — Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais no Instituto Militar de Engenharia, 2014.
- SHAH, A.; LAKKAD, S. **Mechanical properties of jute-reinforced plastics.** Fibre Science and Technology, Elsevier, v. 15, n. 1, p. 41–46, 1981.
- SOUSA, N. C. M. **Estudo do ângulo microfibrilar da madeira de Eucalyptus grandis, úmida e seca, por microscopia de luz polarizada e estimada por difração de raios x.** Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira na Universidade Federal de Lavras, 2017.
- SPINACE, M. A. et al. **Characterization of lignocellulosic curaua fibres.** Carbohydrate Polymers, Elsevier, v. 77, n. 1, p. 47–53, 2009.
- TAPPI, Test Methods. T 264 om 82. **Preparation of wood for chemical analysis.** Atlanta: Tappi technology Park; 1996.
- TEPEDUZU, B.; KARAKUZU, R. **Ballistic performance of ceramic/composite structures.** Ceramics International, v.45(2), p.1651-1660, 2019.
- 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.
- TRINDADE, W. **Influência da geometria e da microestrutura no comportamento dinâmico da alumina aditivada com nióbia.** Rio de Janeiro: INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA, 2012.
- TRUONG, M. et al. **A comparative study on natural fibre density measurement.** The Journal of the Textile Institute, Taylor & Francis, v. 100, n. 6, p. 525–529, 2009.
- VALENTE, R. de M.; ALMEIDA, S. S. de. **As palmeiras de Caxiuanã: informações botânicas e utilização por comunidades ribeirinhas.** [S.l.]: Museu Paraense Emílio Goeldi, 2001.
- VASILIEV, V. V.; MOROZOV, E. V. **Mechanics and analysis of composite materials.** [S.l.]: Elsevier, 2001.

- VERMA, D.; SENAL, I. **Natural fiber-reinforced polymer composites: Feasibility study for sustainable automotive industries**. In Biomass, Biopolymer-Based Materials, and Bioenergy. Woodhead Publishing, p. 103-122, 2019.
- YADAV, R. et al. **Body armour materials: from steel to contemporary biomimetic systems**. RSC advances, Royal Society of Chemistry, v. 6, n. 116, p. 115145–115174, 2016.
- YAMAMOTO, H. **Method of determining the mean microfibril angle of wood over a wide range by the improved cavity method**. Mokuzai Gakkaishi, v. 39, p. 375–381, 1993.
- YUSUP, E.M.; MAHZAN, S.; KAMARUDDIN, M.A.H. **Natural Fiber Reinforced Polymer for the Application of Sports Equipment using Mold Casting Method**. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, v. 494, n. 1, p. 012040. IOP Publishing. , 2019,