

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

BELAYNE ZANINI MARCHI

**CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO BALÍSTICA DE COMPÓSITOS EPÓXI
REFORÇADOS COM FIBRAS DE UBIM**

**RIO DE JANEIRO
2023**

BELAYNE ZANINI MARCHI

CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO BALÍSTICA DE COMPÓSITOS EPÓXI
REFORÇADOS COM FIBRAS DE UBIM

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

Orientador(es): Sergio Neves Monteiro, Ph.D.

Rio de Janeiro

2023

©2023

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

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

Marchi, Belayne Zanini.

CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO BALÍSTICA DE COMPÓSITOS EPÓXI REFORÇADOS COM FIBRAS DE UBIM / Belayne Zanini Marchi. – Rio de Janeiro, 2023.

138 f.

Orientador(es): Sergio Neves Monteiro.

Proposta de Tese (doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2023.

1. Fibra Natural. Ubim. Compósitos. Blindagem Balística. i. Neves Monteiro, Sergio (orient.) ii. Título

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

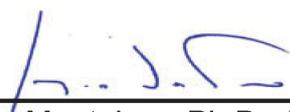
BELAYNE ZANINI MARCHI

CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO BALÍSTICA DE COMPÓSITOS EPÓXI REFORÇADOS COM FIBRAS DE UBIM

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

Orientador: Prof. Sérgio Neves Monteiro Ph.D.

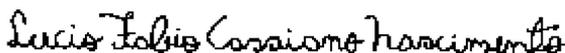
Aprovada em 25 de julho de 2023 pela seguinte banca examinadora:



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



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



Prof. TC. Lucio Fabio Cassiano Nascimento – D.Sc. do IME



Profª. Verônica Scarpini Candido – D.Sc da UFPA



Prof. Felipe Perissé Duarte Lopes – D.Sc da UENF



Profª. Daniele Cruz Bastos – D.Sc da UERJ

Rio de Janeiro

2023

*“Sometimes it is the people who no one
imagines anything of, who do the things
that no one can imagine.”*

(Alan Turing)

AGRADECIMENTOS

A todos meus amigos e minha família, muito obrigada pelo constante incentivo e motivação que vocês depositaram em mim a cada dia. Vocês foram muito importantes na minha determinação para perseguir e conquistar esse título.

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

Ao Professor Sergio Neves, por todos os ensinamentos valiosos e conhecimentos que compartilhou comigo. Sua disposição para conversar, paciência e dedicação em me auxiliar sempre que precisei foram extremamente importantes.

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

Aos parceiros que proporcionaram de fato a realização desta pesquisa IMA – UFRJ, IPqM, LNDC - UFRJ, LAMAV – UENF e CAEx.

RESUMO

A crescente busca por sustentabilidade reflete o interesse em materiais ecologicamente corretos associados a um bom desempenho mecânico. A produção de materiais sintéticos recorre a fontes não renováveis de energia e processos altamente poluentes, o que impulsiona a pesquisa por novos materiais naturais ou alternativos que possam rivalizar com as propriedades dos materiais sintéticos. Nesse contexto, as fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) ganham destaque como substitutas viáveis para componentes sintéticos e reforços em materiais compósitos, encontrando aplicação na indústria e em campos como a blindagem balística em veículos ou equipamentos corporais. Este estudo pioneiro apresenta, pela primeira vez, propriedades de uma fibra natural pouco conhecida da Amazônia - o ubim (*Geonoma baculífera*). Além de investigar suas características físicas, químicas, térmicas e mecânicas, também foram avaliadas propriedades balísticas através da medição de velocidade residual e energia absorvida com munições 7,62 mm e .45 pol. Caracterizações térmicas e mecânicas dos compósitos epoxídicos com frações de 10, 20 e 30% em volume também foram realizadas. As fibras apresentaram massa específica de $0,73 \text{ g/cm}^3$, diâmetros médios entre $120,48 \mu\text{m}$ e $600,48 \mu\text{m}$, e um teor de umidade de 15,6%. A resistência à tração das fibras foi de 112,62 MPa e o módulo de elasticidade foi de 5,6 GPa. Os compósitos mostraram estabilidade térmica até 300°C. No ensaio izod, os compósitos com 30% de fibras exibiram melhor energia de impacto. A análise das superfícies de fratura após os testes indicou uma transição de mecanismos de fratura de frágil para dúctil-frágil com o aumento da quantidade de fibras no compósito. Em testes de tração e flexão, o aumento do volume de fibras resultou em maior resistência e módulo de elasticidade. Testes balísticos com munições .45 pol e 7,62 mm apresentaram comportamentos semelhantes, mostrando redução na energia absorvida e velocidade limite com o aumento da quantidade de fibras nas placas. Os resultados indicam um potencial para compósitos em aplicações balísticas, embora uma investigação mais abrangente das propriedades balísticas seja necessária para incorporá-los em sistemas de blindagem multicamadas.

Palavras-chave: Fibra Natural; Ubim; Compósitos; Blindagem Balística.

ABSTRACT

The increasing demand for sustainability reflects the interest in environmentally friendly materials associated with good mechanical performance. The production of synthetic materials relies on non-renewable energy sources and highly polluting processes, which drives the research for new natural or alternative materials that can rival the properties of synthetic materials. In this context, natural lignocellulosic fibers (NLFs) stand out as viable substitutes for synthetic components and reinforcements in composite materials, finding applications in industries and fields such as ballistic shielding in vehicles or body equipment. This pioneering study presents, for the first time, the properties of a lesser-known natural fiber from the Amazon - ubim (*geonoma baculifera*). In addition to investigating its physical, chemical, thermal, and mechanical characteristics, ballistic properties were also assessed through the measurement of residual velocity and absorbed energy using 7.62 mm and .45 cal ammunition. Thermal and mechanical characterizations of epoxy composites with volume fractions of 10%, 20%, and 30% were also performed. The fibers exhibited a specific mass of 0.73 g/cm^3 , average diameters ranging from $120.48 \mu\text{m}$ to $600.48 \mu\text{m}$, and a moisture content of 15.6%. The fiber's tensile strength was 112.62 MPa, and the modulus of elasticity was 5.6 GPa. The composites demonstrated thermal stability up to 300°C . In the Izod test, composites with 30% fiber content exhibited improved impact energy. Fracture surface analysis after testing indicated a transition from brittle to ductile-brittle fracture mechanisms with the increase in fiber content in the composite. In tensile and flexural tests, increasing fiber volume led to higher strength and modulus of elasticity. Ballistic tests with .45 cal and 7.62 mm ammunition showed similar behaviors, with reduced absorbed energy and limiting velocity as fiber content increased in the plates. The results suggest the potential of composites in ballistic applications, although a more comprehensive investigation of ballistic properties is required to incorporate them into multilayer armor systems.

Keywords: Natural Fiber; Ubim; Composites; Ballistic Armor.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – Curva da probabilidade de perfuração.	23
Figura 2.2 – Estruturas moleculares de polímeros.	25
Figura 2.3 – Estrutura química do DGEBA.	26
Figura 2.4 – Estrutura da cadeia de celulose.	28
Figura 2.5 – Estrutura química da lignina.	29
Figura 2.6 – Representação esquemática da constituição estrutural de uma fibra onde estão presentes as paredes primárias, secundárias, terciárias, e suas constituições, o lúmen e o ângulo espiral.	30
Figura 2.7 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície de algumas FNLs: a) sisal, b) bamboo, c) coco e d) piaçava.	31
Figura 2.8 – Planta ubim.	33
Figura 2.9 – Processo de confecção dos “panos” de ubim.	35
Figura 2.10 – Classificação dos materiais compósitos.	36
Figura 2.11 – Mecanismos de falha em compósito reforçado com fibra.	40
Figura 3.1 – Fluxograma das etapas propostas.	42
Figura 3.2 – Processo de desfibramento das fibras de ubim.	43
Figura 3.3 – Balança hidrostática utilizada para a determinação da densidade pelo princípio de Arquimedes.	45
Figura 3.4 – (a) Esquema da moldura de papel utilizado no ensaio de tração das fibras; (b) Fibra no molde antes do ensaio; (c) Fibra sendo ensaiada.	49
Figura 3.5 – Esquematização do corpo de (a) e (b) corpo de prova epóxi/ubim.	50
Figura 3.6 – Geometria adotada para produção dos corpos de prova para ensaios Izod.	53
Figura 3.7 – mostra o sistema de detecção no ensaio de energia de absorção.	55
Figura 3.8 – Diagrama esquemático do CAEX de acordo com o procedimento padrão da NIJ 0101.06: (a) O cano da arma e a munição 7,62 x 51 mm utilizada; e (b) O procedimento de medição usando um feixe de laser indicando a direção do projétil com placa de fixação presa a um bloco redondo de metal	56
Figura 4.1 – Frequência do número de fibras de ubim por intervalo de diâmetro (a) e curva de distribuição normal (b).	60
Figura 4.2 – Medição do diâmetro das fibras, aumento 5x.	61
Figura 4.3 – Dependência da massa específica da fibra em relação ao diâmetro.	63
Figura 4.4 – Espectro de FTIR da fibra ubim.	68
Figura 4.5 – Curvas de TGA e DTG para a fibra de ubim.	71
Figura 4.6 – Curva de DSC para a fibra de ubim.	72

Figura 4.7 – (a) Difratoograma de fibras de ubim; (b) Padrão de DRX das fibras de ubim com base normalizada.	73
Figura 4.8 – Deconvolução para o cálculo do ângulo microfibrilar da fibra de ubim.	74
Figura 4.9 – Curvas típicas tensão-deformação para as fibras de ubim. (a) Intervalo 1, (b) Intervalo 2, (c) Intervalo 3, (d) Intervalo 4, (e) Intervalo 5 e (f) Intervalo 6.	76
Figura 4.10–Propriedades mecânicas em função do diâmetro médio das fibras de ubim. (a) Resistência à tração, (b) Módulo de elasticidade e (c) Alongamento.	77
Figura 4.11–Curva de pullout para o compósito epóxi-fibras de ubim.	79
Figura 4.12–Micrografias da superfície das fibras. (a) 300x; (b) 800x; (c) 1200x; e (d) 3000x.	81
Figura 4.13–Micrografias da seção transversal das fibras de ubim. (a) 1200x e (b) 4000x.	82
Figura 4.14–Espectros de FTIR gerados para a resina epóxi DGEBA-TETA; compósitos epóxi/fibras de ubim em contraste ao da fibra isolada	83
Figura 4.15–Banda de absorção em 1733 cm^{-1} para resina epóxi, fibra de ubim e compósitos nas frações de 10, 20 e 30% em fibras.	85
Figura 4.16–Curva de TGA/DTG para a resina epóxi DGEBA/TETA.	86
Figura 4.17–Curvas TGA/DTG para os compósitos de 0 - 30% v/v.	87
Figura 4.18–Curva de DSC para a resina epóxi DGEBA/TETA.	88
Figura 4.19–Curva DSC para os compósitos reforçados com 10 - 30% v/v de fibras de ubim.	89
Figura 4.20–Curvas do módulo de armazenamento para resina epóxi, e amostras de 20 e 30 % v/v de fibras de ubim	91
Figura 4.21–Curvas do módulo de perda para resina epóxi, e amostras de 20 e 30 % v/v de fibras de ubim.	92
Figura 4.22–Curvas da $\text{Tan } \delta$ para resina epóxi, e amostras de 20 e 30 % v/v de fibras de ubim.	93
Figura 4.23–Energia de impacto Izod em função das frações volumétricas de fibras de ubim.	94
Figura 4.24–Corpos de prova rompidos após ensaio de impacto Izod. (a) 0%, (b) 10%, (c) 20%, (d) 30%.	95
Figura 4.25–Superfície de fratura das amostras após o ensaio de impacto Izod. (a) 0%, (b) 10%, (c) 20%, (d) 30%.	97
Figura 4.26–Curvas típicas obtidas no ensaio de tração para os compósitos reforçados com ubim.	98
Figura 4.27–Propriedades mecânicas em função do teor de fibras de ubim presentes nos compósitos. (a) Resistência à tração (MPa); (b) Módulo de elasticidade (GPa).	99

Figura 4.28–Propriedades mecânicas em função do teor de fibras de ubim presentes nos compósitos. (a) Resistência à tração (MPa); (b) Módulo de elasticidade (GPa).	101
Figura 4.29–Propriedades mecânicas em função do teor de fibras de ubim presentes nos compósitos. (a) Resistência à Flexão (MPa); (b) Módulo de Elasticidade (GPa).	102
Figura 4.30–Imagens de MEV da superfície de fratura dos compósitos de 10 - 30% v/v de fibras de ubim, após os ensaios de flexão: (a) 10%; (b) 20%; (c) 30%.	105
Figura 4.31–Energia de absorção média para os compósitos nas frações de 0, 10, 20 e 30% de volume de fibras de ubim	107
Figura 4.32–Amostras antes do ensaio.	107
Figura 4.33–Amostras após ensaio.	108
Figura 4.34–Gráfico de Weibull para energia absorvida pelo impacto do projétil obtida no ensaio de velocidade residual. (a) Epóxi; (b) 10%, (c) 20%, (d) 30%.	109
Figura 4.35–Micrografias MEV da região de impacto balístico. (a) 10%-250x; (b) 10%-60x, (c) 20%-120x, (d) 30%-130x.	112
Figura 4.36–Curva de pontos experimentais do ensaio de velocidade residual com munição 7.62 mm do compósito epóxi com 30% em volume de fibras de ubim.	113
Figura 4.37–Energia de absorção média para os compósitos nas frações de 10, 20, e 30% de volume de fibras de ubim	114
Figura 4.38–Gráfico de Weibull para energia absorvida pelo impacto do projétil 7.62 mm obtida no ensaio de velocidade residual. (a) Epóxi; (b) 10%; (c) 20%; (d) 30%.	115
Figura 4.39–Amostras perfuradas após ensaio de velocidade residual com projétil 7,62 mm. (a) e (b) 20%; (c) e (d) 30%.	117
Figura 4.40–Micrografias MEV da região de impacto balístico. (a)10% - 150X, (b)10% - 400x	118
Figura 4.41–Micrografias MEV da região de impacto balístico. (a)20%-80X, (b)20%-300x	118
Figura 4.42–Micrografias MEV da região de impacto balístico. (a)30%-300X, (b)30%-160x	119

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Classificação dos níveis de proteção em blindagens balísticas.	23
Tabela 2.2 – Propriedades das resinas epóxi em temperatura ambiente.	27
Tabela 2.3 – Fibras lignocelulósicas.	28
Tabela 2.4 – Composição química de algumas fibras.	29
Tabela 2.5 – Propriedades das FNLs em comparação com as fibras sintéticas.	32
Tabela 2.6 – Produção anual de fibras naturais mais importantes comercialmente e seus países produtores.	39
Tabela 3.1 – Parâmetros utilizados na análise de variância (ANOVA).	58
Tabela 4.1 – Valores de frequência e massa específica média obtidos por meio do método geométrico para cada intervalo de diâmetro das fibras de ubim	62
Tabela 4.2 – Parâmetros de Weibull para a massa específica de fibras de ubim associadas com diferentes intervalos pelo método geométrico.	63
Tabela 4.3 – Massa específica da fibra de ubim a partir do método de Arquimedes.	64
Tabela 4.4 – Porosidade total, aberta e fechada calculada para os diferentes intervalos de diâmetro.	65
Tabela 4.5 – Percentual de umidade da fibra de ubim.	66
Tabela 4.6 – Teor de umidade das fibras de ubim e outras FNLs.	66
Tabela 4.7 – Composição química da fibra de ubim em comparação a outras FNLs.	67
Tabela 4.8 – Espectro de FTIR da fibra ubim.	70
Tabela 4.9 – AMF de diferentes FNLs.	75
Tabela 4.10–Resultados do ensaio de tração das fibras de ubim por intervalo de diâmetro e parâmetros de Weibull.	76
Tabela 4.11–ANOVA da resistência à tração para os diferentes intervalos de diâmetros das fibras.	78
Tabela 4.12–Propriedades Mecânicas de fibras naturais.	78
Tabela 4.13–Comparativo da tensão cisalhante interfacial para diferentes FNLs disponíveis na literatura	80
Tabela 4.14–Bandas de adsorção de FTIR para a resina epóxi DGEBA-TETA.	84
Tabela 4.15–Curvas TGA/DTG para os compósitos de 0 - 30% v/v.	87
Tabela 4.16–Parâmetros obtidos pela análise dinâmico-mecânica (DMA).	90
Tabela 4.17–Energia média absorvida e desvio padrão, obtidos através do ensaio Izod.	94
Tabela 4.18–ANOVA da energia de impacto Izod dos compósitos reforçados com 0, 10, 20 e 30% de volume de fibras de ubim.	96
Tabela 4.19–Comparação entre médias (d.m.s) obtidas entre os valores médios de energia de impacto Izod, para os compósitos de 0 a 30% de fibras de ubim.	96

Tabela 4.20–Propriedades mecânicas após o ensaio de tração de compósitos com fibras de ubim e resina epóxi.	98
Tabela 4.21–ANOVA da resistência à tração das amostras com 0, 10, 20 e 30% de volume de fibras de ubim.	100
Tabela 4.22–Comparação entre médias (d.m.s) obtidas entre os valores médios de resistência à tração, para os compósitos de 0 - 30% v/v de fibras de ubim.	100
Tabela 4.23–Propriedades mecânicas para o ensaio de flexão em 3 pontos de compósitos reforçados com fibras de ubim nos percentuais de 0, 10, 20 e 30% v/v.	102
Tabela 4.24–ANOVA da resistência à flexão das amostras com 0, 10, 20 e 30% de volume de fibras de ubim.	103
Tabela 4.25–Propriedades mecânicas para o ensaio de flexão em 3 pontos de compósitos reforçados com fibras de ubim nos percentuais de 0, 10, 20 e 30% v/v.	103
Tabela 4.26–Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios de resistência à flexão nas frações volumétricas de fibras de ubim de 0 a 30%v/v, após aplicação do teste de Tukey.	104
Tabela 4.27–Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios de módulo de elasticidade nas frações volumétricas de fibras de ubim de 0 a 30%v/v, após aplicação do teste de Tukey.	104
Tabela 4.28–Propriedades mecânicas de resistência e módulo de elasticidade em flexão dos compósitos com fibras de ubim e epóxi em comparação a demais disponíveis em literatura em 30% v/v.	105
Tabela 4.29–Dados obtidos no ensaio de velocidade residual para as amostras de 0 – 30% de fibras de ubim.	106
Tabela 4.30–Distribuição de Weibull para energia absorvida dos compósitos Epóxi/ubim para todas as composições ensaiadas	108
Tabela 4.31–ANOVA da energia de absorção para amostras com 10, 20 e 30 % vol. de fibras de ubim.	110
Tabela 4.32–Estimativa de tendência da energia absorvida dos compósitos epóxi / ubim pra outros projéteis correspondentes.	110
Tabela 4.33–Energia absorvida de diferentes FNLs.	111
Tabela 4.34–Parâmetros obtidos no ensaio de velocidade residual e velocidade limite para as amostras de 0- 30 % v/v com calibre 7.62 mm.	114
Tabela 4.35–Distribuição de Weibull para energia absorvida pelo impacto do projétil 7.62 mm nos compósitos de 0 a 30% v/v de fibras.	115
Tabela 4.36–ANOVA de energia de absorção para amostras com 10, 20 e 30 % vol. de fibras de ubim.	116

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AMF	Ângulo Microfibrilar
ASTM	American Society for Testing and Materials
CAEx	Centro de Avaliações do Exército
CP	Corpo de Prova
COPPE/UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro
DSC	Differential Scanning Calorimetry
DMA	Dynamic Mechanical Analysis
D.M.S.	Diferença mínima significativa
DGEBA	Diglicidil Éter de Bisfenol A
DRX	X-Ray Diffraction
FNLs	Fibras Naturais Lignocelulósicas
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
IMA	Instituto de Macromoléculas professora Eloisa Mano
IME	Instituto Militar de Engenharia
LNDC	Laboratório de Ensaios Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem
MEV	Scanning Electron Microscopy
NIJ	National Institute of Justice
SBM	Sistema de Blindagem Multicamada
SQ	Soma de Quadrados
SQR	Soma de Quadrados do Resíduo
SQT0	Soma de Quadrado Total
SQTr	Soma de Quadrado dos Tratamentos
TGA	Thermogravimetric Analysis

TETA	Trietileno tetramina
UFPA	Universidade Federal do Pará
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro

LISTA DE SÍMBOLOS

ρ	Massa Específica
E	Módulo de Elasticidade
K	Nº de Tratamentos
R	Nº de Repetições
μm	Micrometro
ρ_{Arq}	Densidade obtida pelo método de Arquimedes
σ_{max}	Resistência à Tração Máxima
E_{Abs}	Energia de Absorção
σ_{max}	Tensão Máxima em Tração
σ_f	Tensão em Flexão
θ	Unidade característica
β	Módulo de Weibull ou Parâmetro de Forma
V_R	Velocidade Residual
V_i	Velocidade de Impacto
ϵ	Deformação
Tg	Temperatura de Transição Vítrea
E'	Módulo de Armazenamento
E''	Módulo de Perda
$\tan \delta$	Amortecimento

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
1.1	JUSTIFICATIVA DO TRABALHO	20
1.2	OBJETIVO GERAL	20
1.3	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1	BLINDAGEM BALÍSTICA	22
2.2	MATERIAIS POLIMÉRICOS	24
2.2.1	CONCEITOS GERAIS	24
2.2.2	RESINA EPÓXI	26
2.3	FIBRAS NATURAIS LIGNOCELULÓSICAS (FNLS)	27
2.3.1	FIBRAS DE UBIM	33
2.4	MATERIAIS COMPÓSITOS	36
2.4.1	CONCEITOS GERAIS	36
2.4.2	COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS LIGNOCELULÓSICAS	37
2.5	MECANISMOS DE FRATURA EM COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS	39
3	MATERIAIS E MÉTODOS	42
3.1	ASPECTOS GERAIS	42
3.2	FIBRAS DE UBIM	42
3.3	RESINA EPÓXI	43
3.4	PRODUÇÃO DO COMPÓSITO	43
3.5	CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE UBIM	44
3.5.1	DIÂMETRO E MASSA ESPECÍFICA	44
3.5.2	DETERMINAÇÃO DA POROSIDADE	46
3.5.3	TEOR DE UMIDADE	46
3.5.4	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA FIBRA	46
3.5.5	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	48
3.5.6	ENSAIO DE TRAÇÃO DAS FIBRAS	49
3.5.7	ENSAIO DE ESCORREGAMENTO DE FIBRAS (PULLOUT)	50
3.6	CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS	51
3.6.1	ENSAIO DE TRAÇÃO DOS COMPÓSITOS	51
3.6.2	ENSAIO DE FLEXÃO	52
3.6.3	ENSAIO DE IMPACTO IZOD	52
3.6.4	ANÁLISE DINÂMICO-MECÂNICA (DMA)	53

3.7	ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO (FTIR)	53
3.8	ANÁLISES TÉRMICAS	54
3.8.1	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)	54
3.8.2	CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)	54
3.9	ENSAIO BALÍSTICO DE VELOCIDADE RESIDUAL	55
3.9.1	PROJÉTEIS DE 0.45 POL.	55
3.9.2	PROJÉTEIS DE 7,62 MM	55
3.10	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	56
3.11	MÉTODO ESTATÍSTICO	57
3.11.1	WEIBULL	57
3.11.2	ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA) E TESTE TUKEY	57
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	60
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE UBIM	60
4.1.1	HISTOGRAMAS DE VARIAÇÃO GEOMÉTRICA E DETERMINAÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA	60
4.1.2	DETERMINAÇÃO DA POROSIDADE	65
4.1.3	TEOR DE UMIDADE	66
4.1.4	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA FIBRA	67
4.1.5	CARACTERIZAÇÃO POR FTIR	68
4.1.6	ANÁLISES TÉRMICAS	70
4.1.7	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	73
4.1.8	TRAÇÃO DAS FIBRAS	75
4.1.9	ENSAIO DE ESCORREGAMENTO DAS FIBRAS (PULLOUT)	79
4.1.10	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	81
4.2	CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS	83
4.2.1	CARACTERIZAÇÃO POR FTIR	83
4.2.2	CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA	86
4.2.3	ANÁLISE DINÂMICO MECÂNICA	90
4.2.4	ENSAIO DE IMPACTO IZOD	94
4.2.5	ENSAIO DE TRAÇÃO DOS COMPÓSITOS	98
4.2.6	ENSAIO DE FLEXÃO DOS COMPÓSITOS	102
4.2.7	AVALIAÇÃO BALÍSTICA	106
4.2.7.1	VELOCIDADE RESIDUAL COM MUNIÇÃO .45 POL	106
4.2.7.2	VELOCIDADE RESIDUAL COM MUNIÇÃO 7,62 MM	113
5	CONCLUSÕES	120
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	123

REFERÊNCIAS 124

1 INTRODUÇÃO

Ao longo dos anos novos materiais vão surgindo, outros se transformando. O conjunto de novidades tecnológicas é derivado de pesquisas científicas que dentre múltiplos aspectos, podem aliar tecnologia à preservação do meio ambiente, e assim favorecerem o desenvolvimento de alternativas tecnológicas de baixo impacto ambiental. A variedade de materiais disponíveis para uso na engenharia é enorme, com propriedades muito diversas e características que lhes conferem aplicações muito específicas, como é o caso de materiais compósitos.

Material “composto” ou “compósito” é o termo usado para qualquer material multifásico, com proporções significativas das propriedades de ambas as fases que o constituem, de tal modo que ao unir essas fases, adquire-se um novo material com propriedades únicas e melhor combinação de propriedades em relação aos materiais individuais (DANIEL *et al.*, 2006).

O uso de fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) como componentes de reforço em compósitos vem crescendo nas últimas décadas. As preocupações ambientais e à exaustão das reservas de petróleo justificam tantas pesquisas em torno dessas fibras, por serem uma alternativa ambientalmente correta e em consonância com os princípios do desenvolvimento sustentável. Além disso, as FNLs são mais leves, biodegradáveis, podem oferecer propriedades mecânicas similares a fibras sintéticas a um custo menor e estão amplamente disponíveis da natureza. Tantos benefícios vêm despertando interesse da indústria que buscam introduzir no mercado materiais alternativos em substituição aos componentes sintéticos (MONTEIRO *et al.*, 2011). A tendência é que o desenvolvimento de materiais compósitos seja impulsionado em aplicações de engenharia, principalmente utilizando fibras naturais como reforço (RAJAK *et al.*, 2019).

O Brasil possui uma extensa biodiversidade e uma vasta variedade de fibras, muitas ainda desconhecidas. Dentre as FNLs com potencial de aplicação, destaca-se a fibra extraída do ubim (*Geonoma baculífera*), relativamente desconhecida. Na realidade, a fibra de ubim não é mencionada em estudo sobre fibras naturais brasileiras com potencial para aplicações compósitas, o que será explorado nesse trabalho.

A planta de ubim, pode ser encontrada tipicamente no sub-bosque de florestas com altas taxas pluviométricas (HENDERSON; GALEANO; BERNAL, 2019). A distribuição da espécie está concentrada principalmente na América Central e do Sul. Há dados de ocorrência nas Guianas, Peru, Bolívia e Venezuela. No Brasil, pode ser encontrada no Amazonas, no Amapá, Pará, Maranhão e Piauí. Dentre estes aspectos abordados, a utilização de materiais compósitos reforçados com fibras naturais é um campo promissor

na grande área de Ciência e Engenharia de Materiais e o estudo das propriedades desses materiais é de acentuada relevância. No contexto científico, a originalidade desta pesquisa é justificada pela compreensão abrangente das propriedades físicas, químicas e mecânicas das FNLs, bem como o desempenho de seus compósitos, que ainda carece de evidências na literatura existente.

1.1 Justificativa do Trabalho

Os impactos negativos em relação ao meio ambiente, como poluição, acúmulo de resíduos sólidos que não possuem e/ou são descartados incorretamente, esgotamento de recursos não renováveis são apenas alguns dos exemplos dos problemas ambientais gerados pela má utilização dos recursos naturais.

Com a possibilidade de aliar tecnologia e desenvolvimento sustentável, as alternativas tecnológicas de baixo impacto ambiental em aplicações de engenharia vêm sendo discutidas. Assim, compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais são uma alternativa que minimizam prováveis impactos gerados pelas indústrias de fabricação de fibras sintéticas.

Do ponto de vista científico, gerar produtos com menor densidade, excelentes propriedades mecânicas, a um baixo custo, desempenha um papel importante em investimentos de tecnologia e colaboração entre instituições científicas, indústrias e governos. Além disso, a caracterização desse novo material contribui significativamente para áreas que utilizam FNLs em aplicações nos setores da engenharia. Outro fator é dar sequência ao avanço de novas abordagens tecnológicas com o entendimento das propriedades desse novo material.

Sendo assim, o presente trabalho sugere, de forma inédita, a utilização de fibras de ubim como reforço em compósitos de matriz epóxi para a aplicação de proteção balística. Isso contribui para uma compreensão aprofundada das propriedades mecânicas, térmicas e dinâmicas dos compósitos resultantes, tornando esses aspectos características originais desta pesquisa.

1.2 Objetivo Geral

Esse trabalho tem como objetivo geral avaliar as propriedades individuais da fibra de ubim e estudar as propriedades de seus compósitos de matriz epóxi reforçados com diferentes teores de fibra, para explorar seu potencial balístico.

1.3 Objetivos Específicos

- Avaliar a variação diametral e comprimento médio das fibras de ubim, relacionando-os com a massa específica das fibras;
- Obter o teor de umidade e a porosidade das fibras;
- Quantificar os constituintes lignocelulósicos fundamentais das fibras de ubim;
- Realizar a caracterização química das fibras através de análises de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR);
- Realizar a caracterização térmica das fibras de ubim através de ensaios de termogravimetria (TGA) e Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC);
- Determinar o Índice de cristalinidade e ângulo microfibrilar das fibras de ubim através do emprego da Difração de raios X;
- Realizar microscopia eletrônica de varredura (MEV) das superfícies das fibras de ubim;
- Avaliar o desempenho mecânico das fibras de ubim através de ensaios de tração e pullout;
- Avaliar as propriedades vibracionais dos compósitos através dos ensaios de FTIR;
- Realizar caracterização térmica dos compósitos através de ensaios de termogravimetria (TGA), Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) e Análise Dinâmico-Mecânica (DMA);
- Calcular a energia de impacto Izod absorvida pelos compósitos, relacionando-a com a fração volumétrica de fibras de ubim;
- Avaliar as propriedades mecânicas apresentadas pelos compósitos com diferentes frações volumétricas de fibras de ubim através do ensaio de tração, e flexão;
- Avaliar o comportamento balístico dos compósitos estudados através do Ensaio de Velocidade Residual e comparar o desempenho balístico dos compósitos epóxi-fibras de ubim com os dados obtidos para outros compósitos também aplicados em blindagem balística;
- Avaliar as superfícies de fratura dos compósitos após os ensaios mecânicos e balísticos, por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Blindagem Balística

A tecnologia dos materiais utilizados em aplicações de blindagem balística desempenha um papel fundamental no desenvolvimento tecnológico de um país. Ao desenvolver materiais de blindagem avançados, os países podem aprimorar suas capacidades de proteção contra ameaças balísticas. Porém, mesmo com sistemas de blindagem modernos, a proteção individual geral normalmente remete a sistemas consideravelmente volumosos e/ou pesados. Então, se faz extremamente necessário a pesquisa e o desenvolvimento de novos materiais, que possam levar à criação de soluções mais leves e de menor custo, sem comprometer a eficácia. Isso é particularmente relevante em setores como o militar, onde a mobilidade e a redução de peso são considerações importantes. Além disso, a evolução dos materiais de blindagem balística pode ter aplicações em outros campos, como segurança civil, proteção de infraestruturas críticas e equipamentos de segurança pessoal. Portanto, investir nessa tecnologia contribui para fortalecer a capacidade defensiva de um país e promover a segurança em diversas áreas (ASSIS *et al.*, 2018; BEZERRA *et al.*, 2019).

A balística é a ciência que estuda o movimento de objetos disparados ao ar, chamados de projéteis, normalmente associados a armas de fogo. A definição de blindagem balística pode ser descrita como um anteparo de proteção que foi desenvolvido para oferecer resistência à penetração de projéteis provenientes de armas de fogo (ABNT, 2020).

A blindagem balística é classificada em diferentes níveis, o Exército Brasileiro e Forças Auxiliares seguem as diretrizes oferecidas pelo Instituto Nacional de Justiça dos Estados Unidos, estabelecidos pela norma NIJ-0101.06 (NIJ, 2008) e pela associação Brasileira de Normas Técnicas ABNT NBR 15000 (ABNT, 2020). Essas normas classificam as blindagens em diferentes níveis de proteção em função da velocidade mínima, massa do projétil e calibre, conforme exhibe a Tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Classificação dos níveis de proteção em blindagens balísticas.

Nível	Calibre	Massa (g)	Velocidade mínima do projétil (m/s)
I	0,22 LR	2,6	310
	0,38 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 51mm	9,7	823
IV	.30-06	10,8	853

Fonte: Adaptado de NIJ (2008).

Há várias abordagens para avaliar a eficácia de sistemas de blindagem, mas as mais relevantes são aquelas que se baseiam nas medições da velocidade de impacto do projétil no alvo. O objetivo principal é o cálculo da velocidade limite (V_L), estabelecida como a velocidade a partir da qual o projétil é capaz de perfurar a blindagem e abaixo da qual o projétil é barrado. O principal estimador da velocidade limite é o parâmetro conhecido como limite balístico (V_{50}), no qual é determinado a velocidade em que a probabilidade do alvo ser perfurado seja 50% (WANG *et al.*, 2014). A Figura 2.1 exibe a curva característica da velocidade de impacto em função da probabilidade de perfuração.

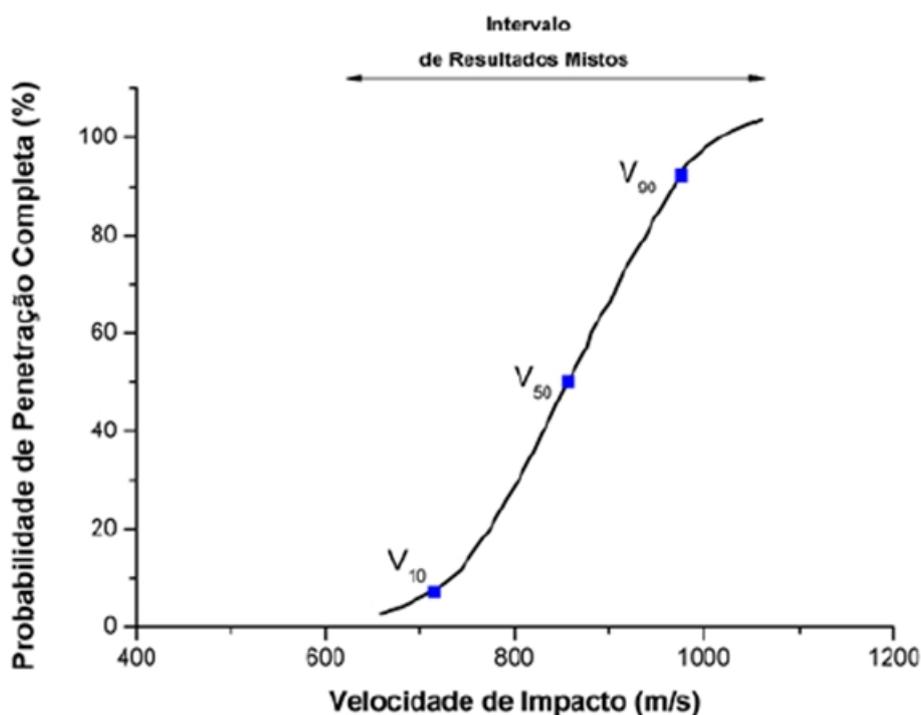


Figura 2.1 – Curva da probabilidade de perfuração.

Entretanto, ao se trabalhar com projéteis que apresentam velocidades superiores a 800 m/s, como no caso da munição 7,62 x 51 mm, o cálculo utilizando o parâmetro V_{50} se torna inviável, pois não é possível realizar disparos a baixas velocidades e garantir, em todos os casos, se houve ou não a perfuração do alvo. Isso porque a redução na quantidade de propelente alcança um limite tal de forma que o projétil não abandona o dispositivo de disparo. Para esses casos, aplicando conceitos de conservação de energia, a energia cinética dissipada pelo projétil durante a penetração no alvo (blindagem) é absorvida totalmente pelo alvo, sendo possível estimar a velocidade limite (V_L) (MORYE *et al.*, 2000).

A energia absorvida (E_{abs}) pode ser calculada pela diferença de energia cinética, de acordo com a Eq. 2.1.

$$E_{abs} = \frac{m_p (v_i^2 - v_r^2)}{2} \quad (2.1)$$

Sendo: V_i - velocidade do projétil imediatamente antes do impacto; V_r - velocidade residual do projétil após perfurar o alvo; m_p - massa do projétil.

Logo, para uma velocidade residual igual a zero, pode-se estimar o valor da velocidade limite (V_L) apenas pela manipulação da Eq. 2.2 obtendo:

$$V_L = \sqrt{\frac{2 \cdot E_{abs}}{M}} \quad (2.2)$$

2.2 Materiais Poliméricos

2.2.1 Conceitos Gerais

Polímero é uma macromolécula formada a partir de unidades de repetição (meros) ligadas por ligações covalente. Uma macromolécula pode ser definida como um conjunto de moléculas com número superior a uma centena de átomos encadeados, com alto peso molecular (CANEVAROLO, 2019; MANO, 1999).

Os materiais poliméricos podem ser de origem natural (lã, seda, látex natural, couro, madeira, etc.) ou produzidos sinteticamente (Nylon, silicone, PVC). Devido ao seu baixo custo e bom desempenho, esses materiais são amplamente aplicados, impulsionando o desenvolvimento de resinas poliméricas de alto desempenho. É importante destacar que, frequentemente, os polímeros sintéticos possuem propriedades superiores em relação aos polímeros naturais (CANEVAROLO, 2019).

Há diversas classificações para os polímeros, podem ser quanto ao seu comportamento mecânico, como o elastômero por exemplo (elasticidade em longa faixa, à temperatura ambiente), ou os plásticos (tornam-se fluidos e moldáveis por ação de pressão

e/ou calor), quanto ao seu comportamento térmico, sua estrutura química, características tecnológicas, etc.

Também pode ser classificado quanto ao número de monômeros: homopolímero (apenas um monômero) ou copolímero (mais de um monômero), quanto a sua isomeria geométrica (cis – mesmo lado, ou trans – lados opostos) (MANO, 1999). Quanto a seu comportamento térmico, os polímeros podem ser divididos em termorrígidos e termoplásticos, conforme a Figura 2.2.

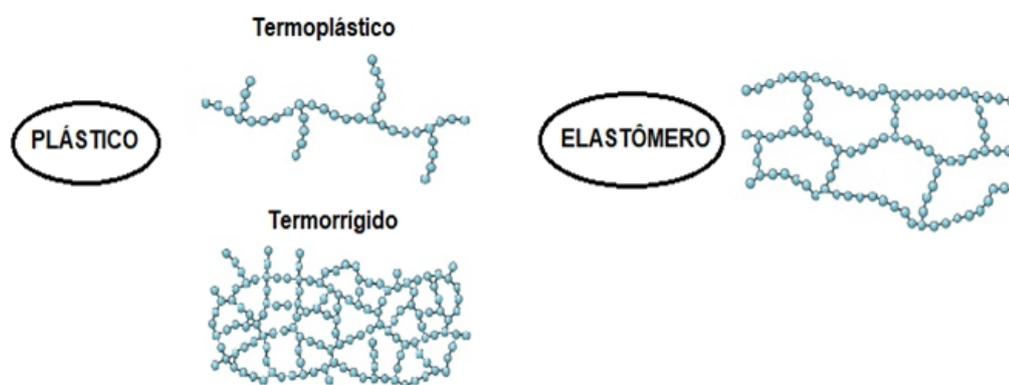


Figura 2.2 – Estruturas moleculares de polímeros.

Os termorrígidos ou termofixos são polímeros configurados em rede, apresentando ligações cruzadas covalentes entre as cadeias adjacentes. Se submetido a elevadas temperaturas, essas ligações são rompidas o que exige uma alta energia, e há como consequência a degradação do polímero.

Em geral, os polímeros termorrígidos são mais duros e resistentes do que os termoplásticos, além de possuírem melhor estabilidade dimensional (ASKELAND; WRIGHT, 2018).

Polímeros termoplásticos possuem estruturas ramificadas ou lineares, e as ligações entre os átomos das diferentes cadeias são fracas, sendo ligações de Van der Waals. Quando submetidos aos efeitos de temperatura e pressão, os termoplásticos amolecem e podem ser moldados várias vezes, endurecendo novamente ao serem resfriados. Essa característica se deve às forças de ligações secundárias, que diminuem com o aumento de temperatura facilitando o movimento relativo das cadeias quando uma tensão é aplicada. Os termoplásticos mais utilizados comercialmente e industrialmente são o policloreto de vinila (PVC), polipropileno (PP) polietileno (PE), poliestireno (PS), a poliamida (PA), dentre outros (DANIEL *et al.*, 2006).

Os elastômeros possuem cadeias flexíveis interligadas entre si, com poucas ligações cruzadas, o que confere características distintas, tais como: alta capacidade de deformação (> 200%) e total recuperação após a deformação. A borracha natural (poli-isopreno natural),

o Neoprene® (cloropreno) e o silicone (polissiloxano) são exemplos representativos dessa classe de materiais.

2.2.2 Resina Epóxi

As resinas epóxi são utilizadas desde a década de 40 e têm aplicações em várias áreas, graças a sua boa resistência e baixo custo em comparação com outras resinas disponíveis no mercado. As resinas epóxi mais simples possuem um grupo formado por um átomo de oxigênio ligado a dois átomos de carbono, formando um anel. Esse anel apresenta certa reatividade, o que favorece a utilização de diversos compostos químicos (ASKELAND; WRIGHT, 2018).

As resinas epoxídicas são polímeros termofixos caracterizados pela presença de grupos glicídila em sua molécula. Quando ocorre uma reação entre o grupo glicídila e um endurecedor (agente reticulante), uma estrutura tridimensional é formada. A epiclorigidrina (1-cloro-2,3 – epóxi – propano) é o agente universal portador do grupo epóxi responsável por reagir com espécies químicas que possuem hidrogênios ativos (NASCIMENTO *et al.*, 2019). A resina epóxi à base de Bisfenol A é a espécie mais comum que possui hidrogênios ativos. Ela é produzida através da reação da Epiclorigidrina com Bisfenol A e pode ser encontrada tanto no estado semissólido quanto no estado líquido. A estrutura química da resina epóxi mais comum, o diglicidil éter do bisfenol A (DGEBA), é ilustrada na Figura 2.3 (ASKELAND; WRIGHT, 2018).

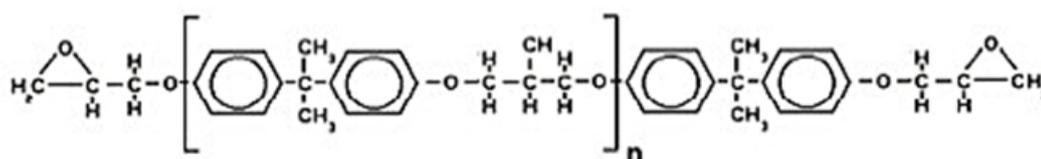


Figura 2.3 – Estrutura química do DGEBA.

Fonte: Boutin *et al.* (2021)

As aplicações da resina epóxi são as mais variadas devido à grande reatividade do anel epóxi. Um considerável número de compostos químicos pode ser empregado na abertura do anel e consequente reticulação da resina. Isso possibilita a produção de diversos sistemas epóxi com propriedades mecânicas, físicas e químicas diferentes (MENEZES *et al.*, 2013). Essas amplas propriedades concedem diversas aplicações às resinas, tais como adesivos, componentes na indústria automobilística e aeroespacial, revestimentos, pintura e matrizes para compósitos com reforço de fibras (KUMAR *et al.*, 2019). Algumas propriedades mecânicas da resina epóxi são exibidas na Tabela 2.2.

Tabela 2.2 – Propriedades das resinas epóxi em temperatura ambiente.

Módulo de Elasticidade (GPa)	Limite de resistência a tração (MPa)	Alongamento Percentual (%)	Massa Específica (g/cm ³)	Tenacidade à Fratura (Mpa.m ^{1/2})
2,4 - 2,7	53 - 72	4,2 - 7,0	1,12	0,72 ± 0,03

Fonte: Adaptado de Qi *et al.* (2006), Garcia *et al.* (2007).

As resinas epóxi utilizadas como matrizes poliméricas despertam grande interesse na fabricação de compósitos aplicados a SBMs (Sistemas de Blindagem Multicamadas). Suas principais funções estão relacionadas à transferência de carga para as fibras e proteção das fibras contra danos superficiais (COSTA *et al.*, 2020).

2.3 Fibras Naturais Lignocelulósicas (FNLs)

Devido às crescentes preocupações ambientais e à exaustão das reservas de petróleo, as fibras naturais surgem como uma alternativa ambientalmente correta em consonância com os princípios do desenvolvimento sustentável. Esses materiais são conhecidos por serem renováveis e biodegradáveis, e vem sendo amplamente utilizados em diversas aplicações industriais e de engenharia, tais como reforço de materiais compósitos (MONTEIRO *et al.*, 2011).

As fibras naturais têm recebido grande interesse da comunidade científica justamente por serem materiais que favorecem à preservação ambiental, além de estarem amplamente disponíveis na natureza, com uma grande variedade presente na biodiversidade. Só na Floresta Amazônica estima-se que existam 65 mil espécies de plantas, muitas das quais ainda desconhecidas (GÜVEN *et al.*, 2016). Além dos aspectos ambientais, há outras razões que fazem as fibras naturais se destacarem como substitutas das fibras sintéticas, como sua leveza, baixa densidade, elevada resistência e módulo de elasticidade. A extração dessas fibras requer pouca tecnologia e seu cultivo é relativamente simples, tornando sua produção altamente viável (BLEDZKI; GASSAN, 1999). As fibras naturais podem ser divididas de acordo com sua origem: animal, mineral e vegetal como as lignocelulósicas.

As fibras vegetais, ou fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) podem ser classificadas conforme a sua localização na estrutura das plantas, sendo: fibras de caule, de folhas, de sementes, do núcleo (floema), de grama e cana (trigo, milho e arroz) e os outros tipos (madeira e raízes) (BLEDZKI; GASSAN, 1999; FARUK *et al.*, 2012). Outras propriedades intrínsecas às FNLs podem variar consideravelmente devido a alguns fatores, como o local de plantio, a idade da planta, o pré-condicionamento das fibras e a parte da planta da qual são retiradas. A Tabela 2.3 apresenta alguns tipos de FNLs estudadas retiradas de diferentes partes do vegetal (GHOLAMPOUR; OZBAKKALOGLU, 2020).

Tabela 2.3 – Fibras lignocelulósicas.

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

Fonte: Adaptado de John e Thomas (2008)

A estrutura da parede celular das FNLs é predominantemente composta por polímeros à base de açúcar, como celulose e hemicelulose, os quais são combinados com lignina, pequenas quantidades de pectinas, sais inorgânicos e outras frações solúveis (FARUK *et al.*, 2012). Essas fibras são essencialmente compostas por fibrilas de celulose semicristalinas que envolvem uma matriz de lignina e hemicelulose (JOHN; THOMAS, 2008).

A celulose é o principal componente das fibras naturais e está presente em quase todos os vegetais. É um polímero natural, com uma estrutura química constituída por unidades de glicose ligadas por átomos de oxigênio, formando longas cadeias poliméricas (CANEVAROLO, 2019). A celobiose é a unidade repetitiva da celulose, consistindo de uma cadeia linear unidas por β -1-4-glicosídicas que contém grupos hidroxilo alcoólicos. As hidroxilas formam ligações de hidrogênio (intramoleculares e intermoleculares), que ao reagir com grupos de hidroxila presentes na umidade do ar, conferem um caráter hidrofílico (CHEN; MIAO; DING, 2009). Essas ligações entre a matriz e fibrilas resultam em uma rede tridimensional. A estrutura da cadeia de celulose é exibida na Figura 2.4.

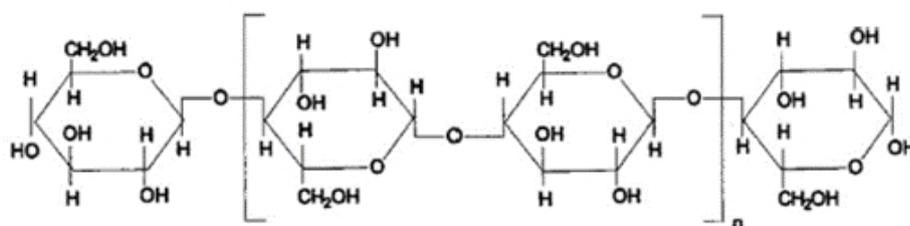


Figura 2.4 – Estrutura da cadeia de celulose.

Fonte: Adaptado de Mohanty, Misra e Drzal (2005)

A hemicelulose é um polissacarídeo de cadeia linear e ramificação relativamente curta. Apresenta características diferentes da celulose, como por exemplo, um menor grau de polimerização e ser constituída por diferentes açúcares. A hemicelulose é amorfa e hidrofílica, sendo considerada a principal responsável pela absorção de umidade (MOHANTY; MISRA; DRZAL, 2005). Apresenta baixa massa molecular, promove flexibilidade às plantas e atua

como agente de ligação entre a celulose e a lignina (FENGEL; WEGENER, 2011). As fibrilas de celulose são intercaladas entre a hemicelulose, formando uma rede tridimensional por meio das ligações de ponte de hidrogênio (BLEDZKI; GASSAN, 1999).

A lignina é uma macromolécula tridimensional amorfa, hidrofóbica e com elevado grau de polimerização. Ela é extremamente ramificada e apresenta em sua estrutura grupos aromáticos e alifáticos, que podem ser dissolvidas em soluções alcalinas. A lignina desempenha o papel de material de suporte estrutural nas plantas, conferindo rigidez. Ela ocupa os espaços entre as fibras de polissacarídeos, unindo-as. Além disso, a lignina é o componente mais estável termicamente (THAKUR; THAKUR; GUPTA, 2014). A estrutura da lignina é exibida na Figura 2.5.

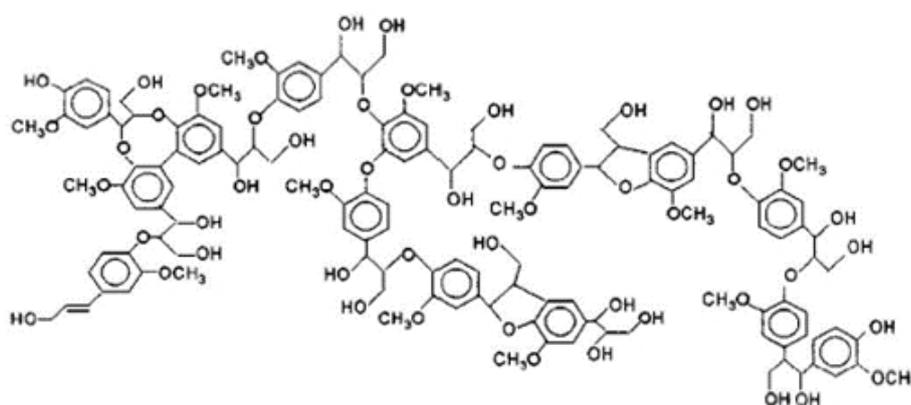


Figura 2.5 – Estrutura química da lignina.

Fonte: Adaptado de Mohanty, Misra e Drzal (2005)

Os percentuais de composição química de algumas das principais FNLs são exibidos na Tabela 2.4. Os teores de celulose, hemicelulose e lignina variam de acordo com o tipo de planta. As ceras também fazem parte da composição das FNLs, entretanto em quantidades menores, elas conferem características de molhabilidade e adesão das fibras (BLEDZKI; REIHMANE; GASSAN, 1996; SATYANARAYANA; GUIMARÃES; WYPYCH, 2007).

Tabela 2.4 – Composição química de algumas fibras.

Fibra	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)
Cânhamo	68 - 74,4	15 - 22,4	3,7 - 10
Curauá	70,7 - 73,6	9,9	7,5 - 11,1
Juta	59 - 71,5	13,6 - 20,4	11,8 - 13
Rami	70 - 83	-	5 - 12,7
Sisal	60 - 78	10 - 14,2	8 - 14

Fonte: Adaptado de Ramesh (2016), Sood e Dwivedi (2018), Faruk *et al.* (2012).

A estrutura fibrilar das FNLs é complexa, sendo constituída por camadas que envolvem outras camadas mais internas e espessas. Essas camadas são denominadas parede

primária, que é a mais externa e possui uma estrutura reticulada, e parede secundária, que é mais espessa e apresenta um teor mais elevado de celulose. A parede secundária é subdividida em três camadas distintas, conhecidas como S1, S2 e S3, onde as microfibrilas estão dispostas de forma helicoidal com diferentes ângulos de orientação. A Figura 2.6 representa a microestrutura de uma fibra.

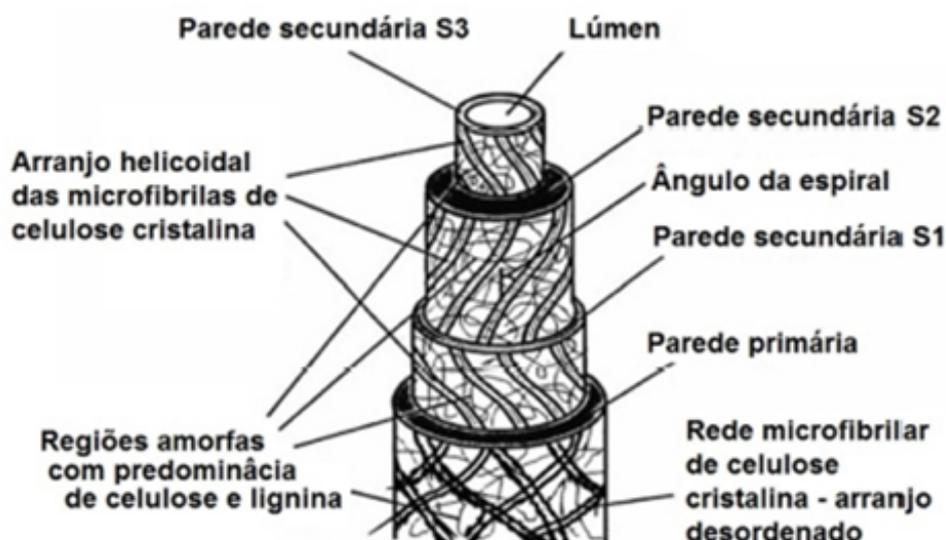


Figura 2.6 – Representação esquemática da constituição estrutural de uma fibra onde estão presentes as paredes primárias, secundárias, terciárias, e suas constituições, o lúmen e o ângulo espiral.

Fonte: Adaptado de John e Thomas (2008).

O ângulo helicoidal formado entre as microfibrilas e o eixo da fibra é chamado de ângulo microfibrilar (JOHN; THOMAS, 2008). Ele correlaciona a resistência e a rigidez das fibras. Quanto menor esse ângulo, melhores são suas propriedades mecânicas (BLEDZKI; REIHMANE; GASSAN, 1996). Esse ângulo é particular de cada fibra, assim como a proporção de celulose, lignina e hemicelulose. Por essa razão, as propriedades mecânicas das FNLs são distintas e dependem desses parâmetros (teor de celulose, grau de polimerização e ângulo microfibrilar), sendo bastante heterogêneas. Na Figura 2.7 são mostradas imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) de algumas fibras naturais e percebe-se essa heterogeneidade nas superfícies de diferentes fibras (MONTEIRO *et al.*, 2011).

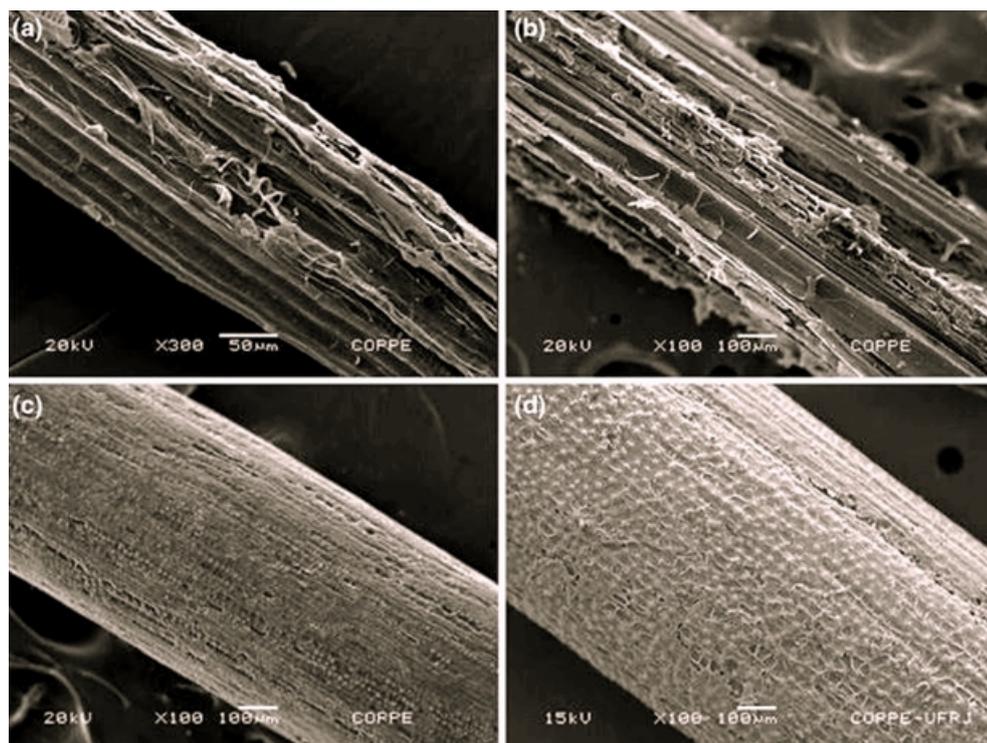


Figura 2.7 – Microscopia eletrônica de varredura da superfície de algumas FNLs: a) sisal, b) bambu, c) coco e d) piçava.

Fonte: Monteiro *et al.* (2011)

A variação do diâmetro da fibra também pode influenciar em suas propriedades. Em alguns casos, a fibra pode apresentar seções mais finas ou mais espessas, resultando em uma distribuição não uniforme ao longo do seu comprimento. Isso pode resultar em variações nas propriedades mecânicas em diferentes regiões da fibra. Estudos demonstraram que as FNLs de menor diâmetro tendem a exibir maior resistência mecânica. Essa característica pode ser atribuída ao fato de que seções transversais menores possuem uma quantidade reduzida de defeitos e irregularidades tanto na superfície quanto no volume da fibra (MONTEIRO *et al.*, 2011), 2011).

Outras propriedades das FNLs também são destacadas como: relação comprimento-largura (fator de forma), tenacidade, flexibilidade, coesão, uniformidade, capacidade de absorção de água, alongamento, elasticidade, resiliência, comportamento térmico, resistência a microrganismos, exposição à luz, dentre outros (BLEDZKI; GASSAN, 1999).

Outro aspecto sobre as FNLs é seu caráter hidrofílico (MOHANTY *et al.*, 2000). As moléculas das fibras contêm grupos de hidroxilas que têm afinidade com outros grupos hidroxila presentes no ambiente, como no ar. Esse comportamento dificulta a adesão entre uma fibra natural e uma matriz polimérica hidrofóbica. A umidade presente na superfície da fibra atua como um separador entre fibra/matriz. Ademais, vazios podem surgir na matriz quando a água evapora, formando bolhas. Esses contrapontos afetam negativamente as propriedades mecânicas das fibras. No entanto, é possível melhorar essa

situação por meio da secagem das fibras e/ou da aplicação de um pré-tratamento de modificação química, que auxilia na adesão entre a fibra e a matriz. Esses tratamentos podem criar uma superfície rugosa na fibra, o que geralmente torna a adesão entre a fibra e a matriz mais eficaz (BLEDZKI; GASSAN, 1999; MOHANTY *et al.*, 2000; MONTEIRO *et al.*, 2011).

Apesar de possuírem alguns inconvenientes, as FNLs em comparação as fibras sintéticas, possuem boas propriedades mecânicas. A baixa densidade da maioria das FNLs são uma vantagem quando se deseja produzir novos materiais que necessitam de peso consideravelmente baixo. E por apresentarem boa resistência mecânica, as FNLs tornam uma escolha atrativa para proteção balística por exemplo (MONTEIRO *et al.*, 2011; SHAH, 2013).

A Tabela 2.5, demonstra algumas das propriedades mecânicas de diversas FNLs comparadas às fibras sintéticas.

Tabela 2.5 – Propriedades das FNLs em comparação com as fibras sintéticas.

FNL	Massa Específica ρ (g/cm ³)	Resistência a tração σ (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Máx. σ/ρ (MPa.cm ³ /g)
Banana	0,67 - 1,50	700 - 800	27 - 32	1194
Côco	1,15 - 1,52	95 - 220	4 - 6	191
Cânhamo	1,07	389 - 690	35	649
Curauá	0,57 - 0,92	117 - 3000	27 - 80	2193
Juta	1,30 - 1,45	393 - 800	13 - 27	615
Linho	1,30 - 1,50	344 - 1035	26 - 28	496
Rami	1,5	400 - 1620	61 - 128	1080
Sisal	1,26 - 1,50	287 - 913	9 - 28	725
Dyneema	0,975	3400	115	3487
Vidro E	2,50 - 2,58	2000 - 3450	70 - 73	1380
Carbono	1,78 - 1,81	2500 - 6350	230 - 400	3567
Aramida	1,44	3000 - 4100	63 - 131	2847

Fonte: Adaptado de Monteiro *et al.* (2011), Jha *et al.* (2019), Reis *et al.* (2020), Sharma *et al.* (2023).

Um dos grandes desafios futuros é a substituição total ou parcial (hibridização) de fibras sintéticas por fibras naturais de alta resistência. O uso de FNLs no lugar de fibras artificiais tem se tornado cada vez mais comum, pois é uma fonte renovável, biodegradável, reciclável e são ambientalmente corretos.

Ao estudar e conhecer as propriedades dessas fibras utilizando-as como agente de reforço em uma matriz polimérica, torna sua aplicação e fabricação mais viável, produzindo materiais compósitos de elevado desempenho, com custo menor e sustentáveis.

2.3.1 Fibras de Ubim

O ubim é uma palmeira da família Arecaceae, cujo o nome científico conhecido da espécie no Brasil é *Geonoma baculífera* (HENDERSON; GALEANO; BERNAL, 2019). A origem da palavra ubim é derivada diretamente da língua indígena, do tupi u'bi. É conhecida também por *Geonoma estevaniana* Burret, *Gynestum baculíferum* Poit., *Geonoma acutiflora* Mart (??).

Dentro da família Arecaceae, um dos gêneros de destaque é o *geonoma*. Este gênero é composto por palmeiras de porte pequeno que geralmente crescem no sub-bosque, e é considerado um dos maiores gêneros da América. O gênero abriga 15 espécies amplamente distribuídas pelo continente americano, especialmente nas regiões tropicais. Essas plantas são conhecidas por serem bastante comuns em áreas de altos índices de precipitação, destacando-se como uma das espécies vegetais mais encontradas nesses ambientes. Espécies de *Geonoma* apresentam preferência por vegetação florestal ribeirinha ou mata ciliar que ocorre ao longo dos cursos de água, e em vegetação aberta (PUNT; BOER, 1966).

O ubim (Figura 2.8) é uma palmeira cespitosa de pequeno porte, de caule múltiplo, liso, com fibras alongadas e não ramificadas, altura variando entre 1 a 4 m e diâmetro de 1 a 3 cm. Estipe ereto ou parcialmente rastejante, com 7 a 12 folhas, inflorescências pouco ramificadas e frutos globosos ou ovoides. É encontrada tipicamente no sub-bosque de florestas com altas taxas pluviométricas, matas ciliares, várzeas e igapós. O ubim é uma espécie adaptada a ambientes úmidos, considerada tolerante à sombra e geralmente cresce em locais com baixa incidência de luz direta (HENDERSON; GALEANO; BERNAL, 2019).



Figura 2.8 – Planta ubim.

A distribuição da espécie se dá na América Central e do Sul. Há dados de ocorrência

nas Guianas, Peru, Bolívia e Venezuela. No Brasil, pode ser encontrada no Amazonas, Acre, Amapá, Pará, Maranhão e Piauí.

É muito utilizada na Amazônia e no Acre, por comunidades extrativistas que dependem da exploração de uma grande variedade de espécies nativas para suprir suas necessidades de materiais de construção destinados às edificações rurais. As folhas do ubim, quando entrelaçadas ao longo de uma vara, formam os “panos” de ubim, que são amplamente utilizados como cobertura nas edificações dessas comunidades. Essa prática é tradicional, especialmente entre aqueles que residem próximos à fronteira entre o Brasil e a Bolívia. Na Bolívia, a exploração do ubim tem sido praticada de forma comercial, indicando que a espécie pode ter potencial comercial também no lado brasileiro (SIVIERO *et al.*, 2016). Além do uso na construção, o ubim também tem importância ecológica para algumas comunidades indígenas e ribeirinhas, que o utilizam na confecção de cestarias, esteiras e outros artefatos. Além disso, o ubim apresenta potencial para fins ornamentais em jardins e interiores.

Segundo Siviero *et al.* (2016), alguns estudos ecológicos sobre a extração das folhas de ubim foram realizados junto a moradores da Reserva Extrativista (Resex) Chico Mendes, localizada no estado do Acre. Essa reserva foi criada em 1990 e abrange uma área de aproximadamente 970 mil hectares, distribuída nos municípios de Assis Brasil, Brasiléia, Capixaba, Rio Branco, Sena Madureira e Xapuri. De acordo com a pesquisa, foi constatado que a maior parte da produção agropecuária na região da Resex Chico Mendes é destinada ao consumo familiar e à manutenção das atividades produtivas da comunidade. Embora a população local seja composta por brasileiros, a pesquisa revelou que seis em cada sete famílias entrevistadas tinham pelo menos um membro que já havia morado na região da fronteira entre Brasil e Bolívia e que haviam utilizado o ubim na cobertura de suas casas. Isso indica que o uso do ubim como material de construção é uma prática comum na Bolívia e que influencia as práticas locais na região da Resex Chico Mendes.

Outro aspecto relevante destacado nesta pesquisa diz respeito ao sistema de produção existente na região, o qual requer certas características para se manter. Dentre elas, destacam-se a baixa agressividade ambiental, a disponibilidade de mão-de-obra, a autossustentabilidade e a simplicidade na execução das atividades. Os processos de beneficiamento do ubim são facilmente acessíveis às pessoas da região, o que facilita sua aprendizagem e aplicação. A rusticidade dos tecidos de ubim oferece um design diferenciado para coberturas das edificações construídas com esse tipo de material, agregando valor à arquitetura da comunidade e sendo sustentável em sua forma mais natural.

O estudo também destaca que a comunidade extrativista em questão possui um grande potencial para a produção de “panos” de ubim, uma vez que dispõe de mão-de-obra disponível, domina a tecnologia de processamento e tem acesso a uma matéria-prima abundante. Considerando que a demanda atual por esses “panos” de ubim no Brasil é

atendida por produtores da Bolívia, pode-se inferir que a exploração das folhas dessa palmeira possui um significativo potencial de mercado.

No entanto, a concretização desse potencial depende do desenvolvimento do mercado, o qual, atualmente, carece de uma oferta regular e abundante do produto. Além disso, enfrenta o aparente desconhecimento de sua existência por parte dos consumidores na cidade de Rio Branco, que representa o maior mercado potencial para esse produto na região (SIVIERO *et al.*, 2016). O processo de confecção dos “panos” de ubim está ilustrado na Figura 2.9.



Figura 2.9 – Processo de confecção dos “panos” de ubim.

Fonte: Adaptado de Siviero *et al.* (2016)

Apesar das folhas de ubim serem amplamente utilizadas, a fibra de ubim ainda não possui uma grande aplicação como material de reforço em produtos industrializados. Ao contrário de fibras mais conhecidas, como sisal, bambu, curauá, coco, juta e outras, existem poucos relatos sobre as propriedades da fibra de ubim e seu uso como agente de reforço.

Além disso, a fibra de ubim é pouco explorada cientificamente, principalmente como um potencial reforço em compósitos de matrizes poliméricas, que será abordado durante desse trabalho num estudo mais completo quanto às suas propriedades físicas e mecânicas.

2.4 Materiais Compósitos

2.4.1 Conceitos Gerais

Uma classe promissora de materiais de engenharia surgiu da necessidade de melhorar as propriedades dos materiais convencionais. Um material compósito é constituído por dois materiais ou mais materiais distintos combinados entre si, com objetivo de obter as propriedades desejadas. Segundo Chawla (2012), material compósito pode ser definido como um material multifásico, com fases quimicamente distintas, onde uma das fases - o reforço, tem a função de oferecer maior resistência ao esforço, e a outra - a matriz, tem a função de transferir esse esforço. Portanto, compósito pode ser entendido como sendo um material artificial, multifásico, altamente tecnológico, com infinitas combinações de propriedades, as quais não seriam possíveis alcançadas, isoladamente, nos materiais monolíticos (SHEKAR; RAMACHANDRA, 2018). De maneira mais geral, os compósitos representam uma classe de materiais heterogêneos, suas propriedades como um todo são superiores às propriedades dos componentes individuais quando utilizados isoladamente.

Ao se desenvolver um material compósito, destaca-se duas fases constituintes: A fase contínua, denominada matriz, e a fase dispersa, denominada reforço. A matriz tem a função de proteger o reforço de meios externos, além de transferir a tensão para o mesmo. Já o reforço, confere rigidez e resistência ao compósito (SANJAY *et al.*, 2018).

A divisão dos compósitos pode ser feita em quatro grandes grupos: nano, estrutural, reforçados com partículas e reforçados com fibras (NETO; PARDINI, 2016). A Figura 2.10 mostra uma representação esquemática de subdivisão desses materiais.

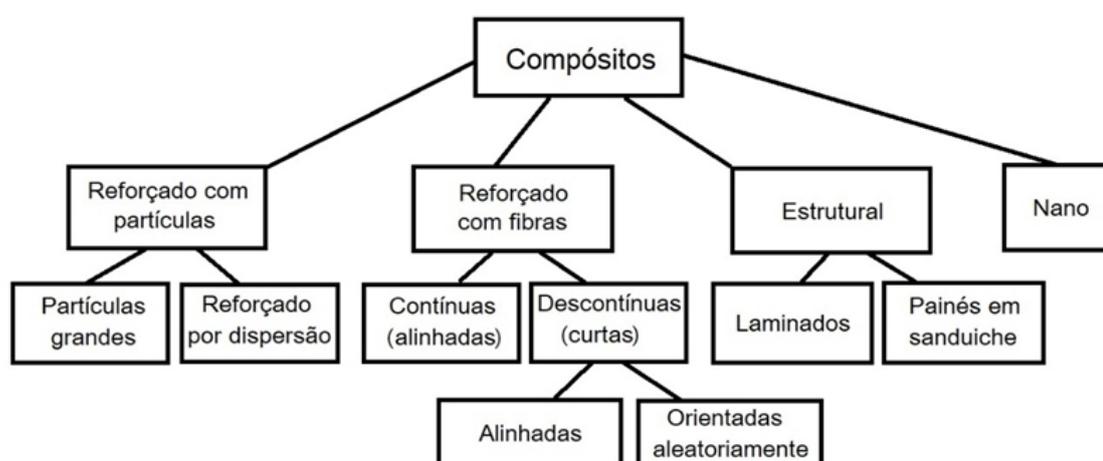


Figura 2.10 – Classificação dos materiais compósitos.

Fonte: Neto e Pardini (2016).

Dentre esses grupos, é pertinente destacar os compósitos reforçados com fibras. É possível projetar materiais com boas propriedades, como alto módulo de elasticidade e

alta rigidez, tendo várias aplicações tecnológicas. Nos compósitos reforçados por fibras, é possível estabelecer relações lineares simples entre as propriedades da fibra e da matriz, levando em consideração as respectivas frações de volume das fases presentes (DANIEL *et al.*, 2006). Essas relações são obtidas por meio da regra das misturas, que é demonstrada na Eq. 2.3.

$$E_{\text{comp}} = E_m \cdot V_m + E_f \cdot V_f \quad (2.3)$$

Sendo: E_{comp} : módulo de elasticidade do compósito; E_m : módulo de elasticidade da matriz; V_m : fração volumétrica da matriz; E_f : módulo de elasticidade da fibra; V_f : fração volumétrica da fibra.

É importante também observar a ligação interfacial entre fibra e a matriz, por ser justamente através dessa interação que ocorre a transferência de carga da matriz para a fibra. O comportamento mecânico do compósito depende, portando, tanto das propriedades da fibra, assim como a eficiência da interação fibra/matriz. Esses fatores contribuem diretamente para o aumento da resistência mecânica e fluência da matriz, interferindo em suas propriedades finais (TITA; PAIVA; FROLLINI, 2002).

Outro fator determinante para que o reforço seja efetivo é o comprimento crítico (l_c). Existe um comprimento mínimo da fibra a partir do qual começa a ocorrer a transmissão efetiva de carga da matriz a fibra, e o reforço torna-se mais efetivo, resultando em um aumento significativo na resistência e rigidez do material compósito. O comprimento crítico tem dependência direta com o diâmetro da fibra e sua resistência à tração, e esses fatores contribuem para um aumento efetivo na resistência e rigidez do compósito. As fibras que possuem um comprimento 15 vezes maior que o comprimento crítico são chamadas de fibras contínuas, e as que forem menores são chamadas de curtas ou descontínuas (DANIEL *et al.*, 2006). A Eq. 2.4 mostra a relação entre os parâmetros que definem o comprimento crítico da fibra.

$$l_c = \frac{d\sigma_f}{2\tau_c} \quad (2.4)$$

Sendo: l_c - Comprimento crítico da fibra; σ_f - Limite de resistência à tração da fibra; d - Diâmetro da fibra; τ_c - Tensão de escoamento ao cisalhamento da matriz.

2.4.2 Compósitos Reforçados com Fibras Naturais Lignocelulósicas

As fibras sintéticas vêm sendo substituídas pelas FNLs em vários setores da indústria. Devido ao seu custo relativamente baixo, origem renovável e baixa densidade, tornam as FNLs muito atrativas (YOGANANDAM *et al.*, 2019). Além disso, as FNLs quando

utilizadas como reforços em compósitos poliméricos oferecem boa vantagem ambiental e ótimas propriedades mecânicas.

O primeiro compósito reforçado com fibras foi criado em 1935, mas a maior evolução desses compósitos foi na Segunda Guerra Mundial em razão da necessidade de materiais leves. Após a guerra, durante a década de 1970, várias resinas e fibras sintéticas foram descobertas e mudaram completamente o uso convencional de materiais (SHYHA; HUO, 2021).

Desde então, com a diminuição dos recursos petrolíferos e o aumento das regulamentações ambientais impulsionam o desenvolvimento de novos materiais e produtos que sejam ambientalmente compatíveis e independentes de combustíveis fósseis. O descarte e a reciclagem de resíduos são questões de grande importância globalmente, sendo que o descarte em aterros está sendo cada vez mais evitado em todo o mundo devido à crescente consciência ambiental (KERNI *et al.*, 2020; AALIYA; SUNOOJ; LACKNER, 2021).

Os compósitos reforçados com fibra natural estão sendo usados na indústria automotiva em projetos e fabricação de interiores de automóveis, como painéis de portas, peças de painel, painel de piso de caminhão, almofadas de assento, console central e revestimentos de cabine, barcos, aeronaves, itens de embalagem, transporte (YOGANANDAM *et al.*, 2019).

A fibra de banana é um exemplo de aplicação utilizada pela Mercedes Benz no modelo Classe A da montadora nos projetos de seus pneus. Essas fibras os envolvem, revestidos com polipropileno e termoplásticos, podendo suportar impactos de pedras e exposições ao ambiente externo (JÚNIOR *et al.*, 2020; RAJPUT; KHOT, 2022). As fibras de linho, sisal e cânhamo também são encontradas nos revestimentos das portas em outros modelos de luxo da Mercedes, assim como a fibra de coco é utilizada em assentos de caminhões (AHMAD; CHOI; PARK, 2015).

Estudos ainda apontam que os compósitos reforçados com FNLs apresentam excelentes propriedades mecânicas, como resistência à tração, módulo de elasticidade e ductilidade, aliadas a uma baixa densidade. Essas características têm impulsionado e acelerado a pesquisa e o desenvolvimento desses compósitos, que emergiram como opções promissoras e com potencial para proteção balística individual (AHMAD; CHOI; PARK, 2015; NAYAK *et al.*, 2022; SAFRI *et al.*, 2018).

Outros trabalhos recentes, também estudam a aplicação de FNLs em compósitos com matriz polimérica (SZOLNOKI *et al.*, 2015; PINO *et al.*, 2015; PINTO *et al.*, 2018; LUZ *et al.*, 2018a; PEREIRA *et al.*, 2021).

Essa nova tendência de utilização de fibras naturais como reforço em compósitos tem impactado significativamente os dados de produção. Globalmente, a produção anual de várias fibras naturais na indústria tem apresentado um aumento considerável (LOTFI *et*

al., 2021), como pode ser observado em diversos países, conforme representado na Tabela 2.6.

Tabela 2.6 – Produção anual de fibras naturais mais importantes comercialmente e seus países produtores.

Fibras	Espécie	Países	Produção Mundial (10 ³ tons)
Coco	<i>Cocos nucifera</i>	Índia, Vietnam, Sri Lanka	100
Kenaf	<i>Hibiscus cannabinus</i>	Índia, Bangladesh, Estados Unidos	970
Linhaça	<i>Linum usitatissimum</i>	Canadá, França, Bélgica	830
Bambu	> que 1250 espécies	China, Índia, Indonésia	30.000
Abacá	<i>Musa textilis</i>	Filipinas, Equador, Costa Rica	70
Juta	<i>Corchorus capsularis</i>	Índia, Bangladesh	2500
Sisal	<i>Agave sisalana</i>	Tanzânia, Brasil, Quênia	378
Rami	<i>Boehmeria nivea</i>	China, Brasil, Filipinas	100
Algodão	<i>Gossypium sp.</i>	China, Índia, Estados Unidos	25.000
Banana	<i>Musa indica</i>	Brasil, Índia	200
Seda	<i>Bicho-da-seda</i>	China, Índia, Europa	202
Lã	<i>Ovelha, alpaca ou camelo</i>	Austrália, Nova Zelândia, China	2.000
Cânhamo	<i>Cannabis sativa</i>	China, França, Filipinas	215
Abacaxi	<i>Ananas comosus</i>	Filipinas, Tailândia, Indonésia	74
Agave	<i>Agave fourcroydes</i>	Colômbia, Cuba, México	56
Bagaço	-	Brasil, Índia, China	75.000

Fonte: Adaptado de Lotfi *et al.* (2021).

2.5 Mecanismos de Fratura em Compósitos Reforçados com Fibras

A análise dos mecanismos de falha em materiais compósitos desempenha um papel crucial na previsão e busca contínua por melhorias nas propriedades desses materiais. A fratura em compósitos de matrizes poliméricas, assim como em outros compósitos, está associada às características das três entidades: fibras, matriz e interface. As fibras desempenham um papel importante ao interromper a propagação de trincas internas quando o compósito é submetido a esforços mecânicos, atuando como mecanismos de interrupção, inibindo ou dividindo as trincas em fraturas secundárias. Elas são desviadas em direções menos críticas, o que contribui para a prevenção da propagação das trincas. No entanto, é importante ressaltar que esse processo também pode resultar em delaminação do compósito. O descolamento entre duas camadas adjacentes geralmente acontece quando essas camadas possuem orientações diferentes. Esse tipo de fratura é frequentemente observado em materiais com fibras contínuas (MOURA; MORAIS; MAGALHÃES, 2005).

Durante o processo de fratura, é possível que esses mecanismos ocorram simultaneamente. A determinação do mecanismo de ruptura depende de diversos fatores, tais como o tipo de compósito estudado, o tipo de carga aplicada e a orientação das fibras. De fato, a construção anisotrópica dos compósitos contribui para a ocorrência desses danos de várias maneiras. Os tipos e modos desses danos estão intimamente ligados à orientação das fibras

e à direção da aplicação da carga (REZENDE, 2007). Quando as fibras estão alinhadas paralelamente à direção da carga, a ruptura ocorre através do deslocamento das fibras. Já quando as fibras estão orientadas perpendicularmente à direção da carga, ocorre a ruptura por deslizamento e fratura das fibras (MOURA; MORAIS; MAGALHÃES, 2005).

A Figura 2.11 representa alguns dos vários mecanismos de falhas que podem ocorrer em compósitos fibrosos.

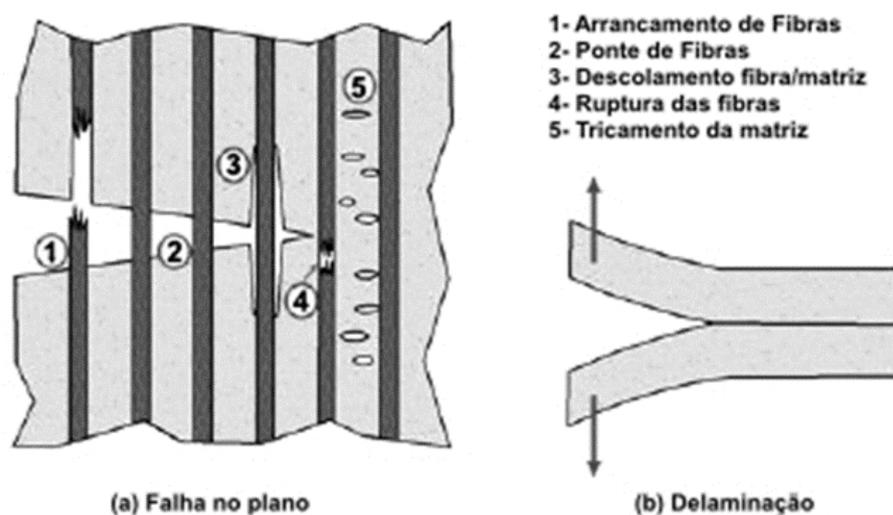


Figura 2.11 – Mecanismos de falha em compósito reforçado com fibra.

Fonte: Anderson (2017)

A Figura 2.11, demonstra a existência de várias possíveis falhas locais que ocorrem durante a fratura de um compósito reforçado com fibras. Em uma distância anterior à formação da fissura, as fibras permanecem intactas. Porém, na região de alta tensão próxima à ponta da trinca, ocorre a fratura, embora não necessariamente ao longo do plano da trinca (AGARWAL *et al.*, 1990).

Os estados de tensão na região adjacente às pontas fraturadas revelam características distintas, que incluem concentrações de tensão no espaço vazio criado pela ruptura da fibra, altas concentrações de tensão de cisalhamento na matriz próxima às extremidades da fibra e um aumento da tensão média normal nas fibras adjacentes. Esses locais de tensão abrem caminho para diferentes modos de micro falha, que se desdobram da seguinte forma: descolamento parcial ou total da fibra fraturada da matriz circundante, resultado de altas tensões de cisalhamento interfacial nas extremidades. Essa situação reduz consideravelmente a eficácia da fibra, seja de maneira completa ou ao longo de uma extensão significativa. Há também o início de microfissuras na matriz devido à concentração elevada de tensões nas extremidades do espaço vazio deixado pela fibra fraturada. A matriz pode sofrer deformação plástica, especialmente quando possui características dúcteis. Também pode ocorrer a falha de outras fibras próximas àquela que inicialmente fraturou, devido às altas

tensões médias normais e concentrações locais de tensão. Dessa forma, cada ruptura de fibra cria concentrações adicionais de tensão na matriz e em outras fibras. Com o tempo, muitas dessas fibras podem fraturar, e as microfissuras na matriz ao seu redor podem se unir, formando uma microfissura mais extensa na estrutura (MALLICK, 2007).

Portanto, a principal finalidade do presente trabalho foi investigar pela primeira vez o desempenho balístico de compósitos poliméricos reforçados com 10, 20 e 30%v/v com fibras de ubim individualmente, contra munição de .45 pol. e 7,62mm. Como investigação preliminar, as análises térmicas e químicas das fibras, assim como as propriedades mecânicas tanto das fibras e seus compósitos mencionados foram contribuições originais para o desenvolvimento desse trabalho. A possível variabilidade dos resultados foi avaliada estatisticamente por meio da análise de variância (ANOVA) e do teste de Tukey.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Aspectos Gerais

O objetivo principal deste estudo foi realizar a caracterização térmica e mecânica das fibras de ubim, bem como dos compósitos reforçados com diferentes porcentagens de fibras de ubim (10%, 20% e 30% v/v). Além disso, buscou-se avaliar o comportamento balístico dos compósitos produzidos. Este trabalho consistiu basicamente nas seguintes etapas principais: Preparação da fibra; caracterização das fibras; produção e caracterização dos compósitos; testes balísticos e análise estatística. As etapas tomadas para o desenvolvimento deste estudo estão representadas no fluxograma da Figura 3.1.

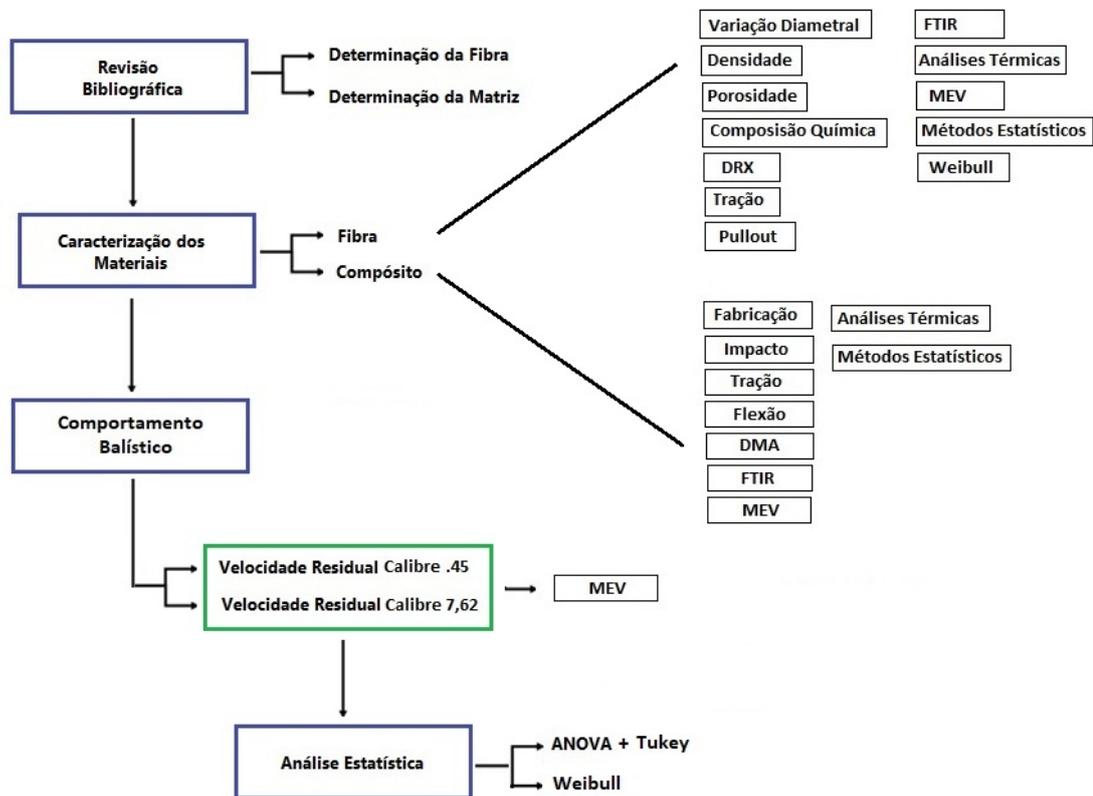


Figura 3.1 – Fluxograma das etapas propostas.

3.2 Fibras de Ubim

Todas as fibras de ubim “in natura” utilizadas neste trabalho foram coletadas na região metropolitana de Belém - PA e cedidas pela Universidade Federal do Pará (UFPA). As fibras de ubim foram recebidas na forma de graveto, sendo necessário passar por um processo de extração. O procedimento envolve três etapas distintas: imersão

em água por 48h, extração manual e secagem. A utilização da técnica de imersão em água desempenhou um papel fundamental na obtenção das fibras. Durante o processo de desfio dos gravetos, observou-se uma ruptura repentina das fibras, o que inviabilizou o procedimento. No entanto, ao imergir os gravetos em água, foi possível proporcionar hidratação e flexibilidade, o que facilitou a extração e foi essencial para o desfio bem-sucedido. Por fim, as fibras extraídas são submetidas ao processo de secagem para atingirem o teor de umidade adequado. Essas etapas foram essenciais para obter fibras de qualidade. Após secagem total das fibras, elas foram cortadas em um comprimento de 150 mm. A Figura 3.2 mostra parte do processo descrito acima:



Figura 3.2 – Processo de desfibramento das fibras de ubim.

3.3 Resina Epóxi

O material utilizado para confecção da matriz da placa compósita foi uma resina epóxi do tipo éter diglicídico do bisfenol A (DGEBA), fornecida pela distribuidora EPOXY FIBER Ltda. e comercializada pela empresa Dow Chemical do Brasil, localizada na cidade do Rio de Janeiro. O endurecedor aplicado à resina foi o Trietileno Tetramina (TETA), na proporção estequiométrica correspondente a $\text{phr} = 13$ (100 partes de Epóxi para 13 partes de TETA).

3.4 Produção do Compósito

Os compósitos foram fabricados utilizando a resina epóxi e fibras de ubim (secas em estufa por 24 h a 70°C), com frações volumétricas que variaram entre 0% e 30%. As placas compósitas foram confeccionadas utilizando um molde metálico com dimensões de $15 \times 12 \times 1,19$ cm e volume interno de $214,2 \text{ cm}^3$. Para a resina epóxi, utilizou-se como referência inicial a densidade de $1,1 \text{ g/cm}^3$.

As fibras contínuas e alinhadas foram posicionadas no molde e molhadas gradualmente com a resina epóxi, de forma a garantir uma distribuição uniforme. Para cada camada de fibra, uma camada correspondente de resina foi aplicada. O conjunto, composto pelo molde metálico preenchido com resina e fibras, foi submetido a uma carga de 5 toneladas por 24 horas. O método de compressão foi adotado para a fabricação das placas compósitas.

A prensa utilizada é da marca SKAY de 30 toneladas, disponível no laboratório de fibras naturais do IME.

3.5 Caracterização das Fibras de Ubim

3.5.1 Diâmetro e Massa Específica

Foram utilizadas três metodologias para a medição da massa específica, a fim de obter valores comparativos: o cálculo linear pelo diâmetro das fibras, conhecido como método geométrico; o princípio de Arquimedes, conforme ASTM D3800 (ASTM, 2010), em referência aos métodos propostos no estudo de Truong *et al.* (2009); e a picnometria de gás hélio, conforme ASTM D4892 (ASTM, 2019).

Para determinar a massa específica utilizando o método geométrico, foram selecionadas aleatoriamente 100 fibras de ubim. O comprimento de cada amostra foi medido com uma régua metálica de precisão. Para determinar a massa, foi utilizada uma balança analítica da marca Bioprecisa, modelo FA2104N, com uma precisão de 0,001 g.

Para a determinação do diâmetro, as fibras foram medidas usando um microscópio óptico, modelo BX53M da marca OLYMPUS, com ampliação de 5x no modo de campo escuro, pertencente ao laboratório de metalografia do IME. Cada fibra foi medida ao longo do seu comprimento útil em 5 pontos específicos a 0° e em 5 pontos a 90°. Em cada ponto, foram realizadas 3 medições, totalizando 15 pontos a 0° e 15 pontos a 90°. A Eq. 3.1 foi utilizada para calcular a massa específica (ρ) das fibras:

$$\rho = \frac{4m}{\pi \cdot \phi_1 \cdot \phi_2 \cdot l} \quad (3.1)$$

Sendo: m – massa da fibra; l – comprimento da fibra; ϕ_1 – diâmetro médio a 0°; ϕ_2 – diâmetro médio a 90°.

O princípio de Arquimedes foi o segundo método utilizado para determinar a massa específica das fibras. Esse método é baseado na relação entre o peso da fibra e a força de empuxo que ela sofre quando imersa em um líquido. No ensaio, as fibras foram pesadas no ar e em um líquido de imersão, que neste caso foi gasolina, pois as fibras boiavam na água visualmente. Para o teste, um grupo de 10 amostras de fibras de ubim foi selecionado,

sendo que as amostras foram previamente secas em estufa por 24 horas a 70°C. A Eq. 3.2 utilizada para a obtenção da massa específica da amostra (ρ_A) está descrita a seguir (ASTM, 2010):

$$\rho_A = \frac{(M_3 - M_1) \rho_l}{(M_3 - M_1) - (M_4 - M_3)} \quad (3.2)$$

Sendo: ρ_l - massa específica do líquido; M_1 - peso do fio suspenso no ar; M_2 - peso do fio de suspensão em líquido; M_3 - peso do fio em suspensão mais a fibra; M_4 - peso do fio em suspensão mais a imersão de fibra em líquido.

A metodologia adotada na determinação da massa das fibras por Arquimedes é ilustrada na Figura 3.3.



Figura 3.3 – Balança hidrostática utilizada para a determinação da densidade pelo princípio de Arquimedes.

O último método utilizado foi o de picnometria gasosa, que permite determinar o volume real de um sólido mesmo que o material seja poroso, por meio da medição da variação da pressão de gás em uma câmara de volume conhecido (RUDE; JR; RUHALA, 2000; TRUONG *et al.*, 2009). Geralmente, utiliza-se o gás Hélio, pois além de ser inerte, penetra com facilidade nos poros de menor tamanho da amostra. Isso permite determinar um valor mais aproximado da densidade verdadeira do material, e com mais precisão. O picnômetro utilizado foi o modelo Accupyc 1330 da marca Micromeritics, pertencente ao Instituto de Pesquisas da Marinha (IPQM). Os procedimentos estabelecidos pela norma ASTM D4892 foram seguidos durante o teste (ASTM, 2019). A massa específica obtida por picnometria foi calculada pela razão entre a massa fornecida “m” e o volume estimado pelo picnômetro “v”, demonstrado na Eq. 3.3.

$$\rho_{\text{vic}} = \frac{m}{v} \quad (3.3)$$

3.5.2 Determinação da Porosidade

Para o cálculo da porosidade das fibras de ubim foram usadas a densidade geométrica (ρ_g), a densidade aparente (ρ_{ap}) e densidade absoluta (ρ_{abs}), conforme Luz *et al.* (2017). As equações 3.4, 3.5 e 3.6 correspondem respectivamente a: porosidade total (P_T), porosidade aberta (P_A) e porosidade fechada (P_F).

$$P_T = \left(1 - \frac{\rho_g}{\rho_{\text{abs}}} \right) \quad (3.4)$$

$$P_A = \left(1 - \frac{\rho_g}{\rho_{\text{ap}}} \right) \quad (3.5)$$

$$P_F = P_T - P_A \quad (3.6)$$

3.5.3 Teor de Umidade

O teor de umidade foi determinado conforme a norma internacional ASTM D1348 (ASTM, 2008). O método consiste na medição da perda de umidade das fibras por meio da secagem em uma estufa a uma temperatura de 105°C por um período de 2 horas. As amostras foram pesadas em balança analítica, modelo FA2104N da marca Bioprecisa. Um total de cinco amostras foram preparadas e, após o período de 2 horas, as amostras foram pesadas novamente. Esse processo foi repetido em intervalos de 30 minutos até que a perda de massa em pesagens sucessivas fosse menor do que 0,005g. O teor de umidade foi calculado utilizando a Eq. 3.7.

$$\% = \left[\frac{(M - S)}{S} \right] \cdot 100\% \quad (3.7)$$

Sendo: M - massa original da amostra (úmida); S - massa da amostra seca em estufa.

3.5.4 Composição Química da Fibra

A determinação da porcentagem dos constituintes lignocelulósicos presentes nas fibras de ubim foi realizada utilizando a metodologia proposta por Morais, Rosa e Marconini (2011) seguindo a norma ASTM D1106 (ASTM, 2013). Em todas análises, as amostras de fibra de ubim foram moídas até obterem uma forma de pó. Para determinar os níveis

de extrativos, lignina, holocelulose e alfacelulose, uma sequência de etapas foi seguida, e as etapas serão detalhadas a seguir:

Teor de extrativos: O procedimento foi iniciado pesando 4g da amostra, que foi inserida em um dispositivo de extração do tipo Soxhlet. Em seguida, uma solução foi preparada contendo 100 ml de uma mistura de tolueno/etanol na proporção de 1:1 em volume. Essa solução foi adicionada a um frasco Erlenmeyer de 500 ml. A amostra foi submetida a aquecimento por 5 horas, e a mistura de solventes refluxada por pelo menos 24 ciclos. O extrato resultante foi cuidadosamente transferido para uma placa de Petri, previamente pesada e seca. A placa foi então levada a uma estufa a uma temperatura de $105 \pm 2^\circ\text{C}$ por 1 hora e, em seguida, pesada novamente. Esse processo foi repetido até que a massa se tornasse constante, garantindo assim a completa secagem. As fibras extraídas foram posteriormente utilizadas para determinar os teores de lignina e holocelulose. Conhecendo a massa da amostra (MA), massa placa + extrativos (MRE), massa placa + resíduo de solvente (MRRS) foi possível obter a porcentagem de extrativos (TE%) calculada seguindo a Eq. 3.8, conforme especificado no método.

$$\%TLI = \frac{MFL - MF}{MA} \cdot 100\% - \%TC \quad (3.8)$$

Teor de holocelulose: Foi determinado utilizando o método baseado na degradação seletiva do polímero lignina. O procedimento consistiu em colocar 3 gramas da amostra em um banho-maria a uma temperatura de 70°C , com agitação magnética. Em seguida, foram adicionados 2,5 gramas de clorito de sódio e 1 ml de ácido acético glacial. O material foi aquecido e agitado por 1 hora. Após a primeira hora, foram adicionados mais 2,5 gramas de clorito de sódio e 1 ml de ácido acético glacial à solução, que foi mantida a uma temperatura de 70°C com agitação magnética por mais uma hora. Foi repetida essa etapa nas mesmas condições de temperatura e agitação. Após a conclusão, o sistema com a solução foi resfriado até atingir a temperatura de 5°C . Em seguida, a solução foi filtrada e o sólido retido, que corresponde à fração de holocelulose, foi rigorosamente lavado com água destilada até que o pH atingisse um valor neutro. O material foi posteriormente colocado em uma estufa a uma temperatura de 105°C por cerca de 18 horas para secagem. Então, foi possível calcular o teor de holocelulose (%TH) utilizando a massa do funil (MF); massa da amostra (MA); massa do funil + massa de holocelulose (MFH) a partir da Eq. 3.10.

$$\%TH = \frac{MFH - MF}{MA} \cdot 100\% \quad (3.9)$$

Teor de alfacelulose: Essa etapa foi realizada usando as amostras resultantes durante a determinação do teor de holocelulose. Para isso, 1g de holocelulose foi colocado em um almofariz e adicionou-se 15 ml de solução de NaOH 17,5%. Em seguida, foi realizado

um processo de maceração por 8 minutos, seguido de filtração até atingir um pH neutro e secagem em estufa por 18 horas a 105°C. O cálculo para a determinação do teor de alfacelulose (%TA) foi realizado utilizando a Eq. 3.11, com base nos dados obtidos durante o processo de análise; Massa do funil (MF); massa do funil + da alfacelulose (MFA); massa da amostra de holocelulose (MAH).

$$\%TA = \frac{MFA - MF}{MAH} \cdot 100\% \quad (3.10)$$

3.5.5 Difração de Raios X

O propósito de utilização da técnica de difração de raios X foi calcular o índice de cristalinidade (IC) da fibra de ubim e seu o ângulo microfibrilar (AMF). O método utilizado para o cálculo do IC, foi descrito por Segal *et al.* (1959), o qual consistiu em obter a intensidades máxima dos picos associados a fases amorfa e cristalina. A Eq. 3.12 apresenta a fórmula utilizada para o cálculo do IC (SEGAL *et al.*, 1959; MWAIKAMBO; ANSELL, 2002; PARIKH; THIBODEAUX; CONDON, 2007).

$$I_c = \frac{(I_2 - I_1)}{I_2} \cdot 100\% \quad (3.11)$$

Sendo que: I_1 – intensidade do mínimo de difração (região amorfa); I_2 – intensidade do máximo de difração (região cristalina).

O equipamento utilizado para a análise de DRX foi um difratômetro PANalytical, modelo X'pert PRO, com radiação de Cobalto (1,789 Å), detetor da marca Pixcel, com velocidade de varredura de 0,05 (2 θ /s), potência 40 mA x 40 kV, varredura de 5° a 75°, pertencente ao Laboratório de Cristalografia do IME. Através desse ensaio foi possível construir o difratograma das fibras de ubim. As amostras foram preparadas utilizando fibras previamente secas a 80°C por 24 horas. As fibras foram cortadas em comprimentos de 30 mm e dispostas em paralelo sobre uma pastilha de silício monocristalino.

Dentre os métodos existentes na literatura para o cálculo do AMF, destacam-se a difração de raios X, a espectroscopia no infravermelho e a tecnologia de microscopia (DONALDSON, 2008). Um dos métodos mais utilizados é a de difração de raios x, que será adotado nesse trabalho, com referência a metodologia usada por Cave (1997) e em outros estudos (WANG *et al.*, 2018; REIS *et al.*, 2019).

O AMF foi determinado a partir da curva de Gauss juntamente com a derivada de primeira e segunda ordem da curva gaussiana. Com o auxílio do Software Origin Pro, ajustou-se a linha de base do difratograma isolando o pico (002) dos demais. Na sequência, foi realizado um ajuste para obter a curva gaussiana do pico (002) e outras duas curvas associadas a sua primeira e segunda derivada da gaussiana. O valor T foi obtido através

da medição da distância entre as interseções das tangentes nos pontos de inflexão da curva no pico 002 e a linha de base.

O valor de T foi utilizado no cálculo para determinar o ângulo microfibrilar, descrito na Eq. 3.13 (KRETSCHMANN *et al.*, 1998; ÖZPARPUCU *et al.*, 2019).

$$AMF = -12,198T^3 + 113,67T^2 - 348,4T + 358,09 \quad (3.12)$$

3.5.6 Ensaio de Tração das Fibras

Uma das propriedades mais importantes que exerce uma influência direta no reforço efetivo das fibras em relação à matriz é a tensão máxima em tração de uma fibra. Os ensaios foram realizados de acordo com a norma ASTM C1557 (ASTM, 2020a) no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos Corrosão e Soldagem (LNDC) da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), utilizando uma máquina universal Instron modelo 3365, com velocidade de ensaio de 0,4 mm/min e célula de carga de 5 KN. As fibras foram dispostas em um molde de papel vazado e configuradas de forma que as suas extremidades fossem fixadas por meio de uma fita adesiva, como a fita crepe, com o objetivo de proporcionar uma ancoragem melhor das garras da máquina de ensaio ao molde e dificultar o escorregamento, conforme mostrado na Figura 3.4.

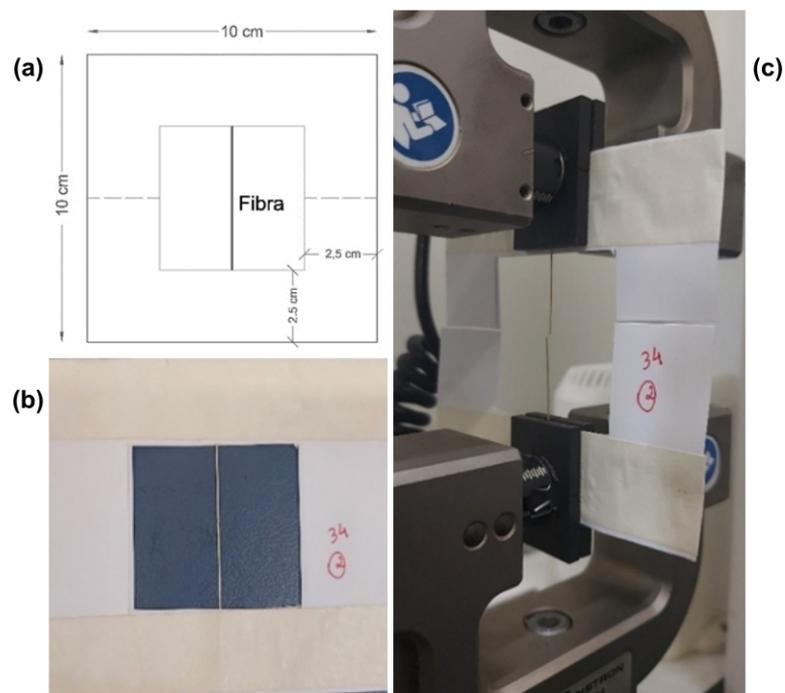


Figura 3.4 – (a) Esquema da moldura de papel utilizado no ensaio de tração das fibras; (b) Fibra no molde antes do ensaio; (c) Fibra sendo ensaiada.

Através do ensaio, alguns parâmetros como tensão máxima (σ_{\max}), módulo de elasticidade longitudinal (E) e deformação máxima percentual (ϵ) foram obtidos através das Eqs. 3.14 e 3.15 que relacionam as variáveis em análise.

$$\sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{A_0} \quad (3.13)$$

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (3.14)$$

Sendo: σ_{\max} - Tensão máxima de engenharia; F_{\max} - Carga máxima; A_0 - Área inicial da seção reta do corpo de prova; E - Módulo de elasticidade; σ - Tensão e deformação associada na região elástica.

3.5.7 Ensaio de Escorregamento de fibras (PULLOUT)

O ensaio de pullout é utilizado para estudar a força de interação na interface fibra/matriz. Este ensaio fornece informações importantes, uma vez que as FNLs são de natureza hidrofílica enquanto as matrizes são hidrofóbicas, resultando numa interação fraca nessa região. Para realizar o ensaio, uma amostra foi preparada inserindo-se uma porção da fibra em uma matriz polimérica de epóxi, conforme ilustrado na Figura 3.5.

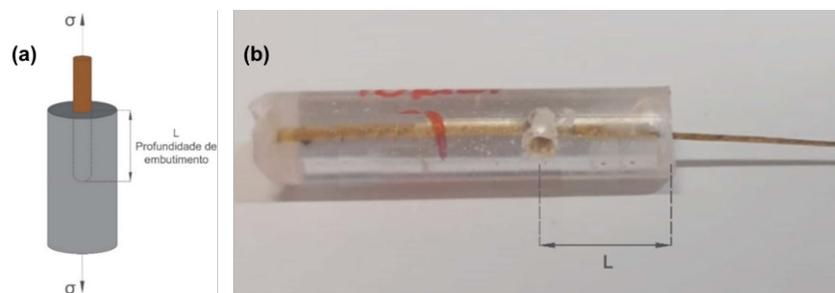


Figura 3.5 – Esquemática do corpo de (a) e (b) corpo de prova epóxi/ubim.

Para a realização do ensaio, as fibras foram limpas, secas em estufa por 24 horas a 50°C. Para a confecção do molde da matriz, foi utilizado um canudo medindo 8 mm de diâmetro e comprimento de 50 mm (LUZ *et al.*, 2018b; GLÓRIA *et al.*, 2017). O ensaio foi realizado em uma máquina universal Instron, modelo 3365, com célula de carga de 25 kN, operando com velocidade de 1 mm/min, do laboratório de ensaios não destrutivos, corrosão e soldagem (LNDC) na UFRJ.

Para o desenvolvimento do ensaio, foi adotada a metodologia proposta por Ginekelly1965tensile e adaptada por Monteiro e d'Almeida (2006), que consiste no embutimento das fibras até um determinado comprimento (L). Nesse trabalho, as fibras foram embutidas nas distâncias de 3,0; 5,0; 7,5; 10; 15 e 20 mm.

As amostras foram submetidas ao ensaio de tração, com as garras de fixação prendendo a fibra de um lado e o cilindro na extremidade oposta. Os dados obtidos possibilitaram a determinação do comprimento crítico L_c , utilizado para determinação da força interfacial cisalhante τ_i na interface fibra/matriz, conforme a Eq. 3.16.

$$\tau_i = \frac{\theta \sigma_f}{2L_c} \quad (3.15)$$

Sendo: θ - Diâmetro da fibra; L_c - Comprimento crítico da fibra; σ_f - Limite de resistência à tração da fibra.

3.6 Caracterização dos Compósitos

3.6.1 Ensaio de Tração dos Compósitos

O ensaio de tração nos compósitos foi realizado seguindo as diretrizes da norma ASTM D3039 (ASTM, 2017a) em um equipamento universal Instron, modelo 3365, do Laboratório de Ensaio Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem (LNDC) da COPPE/UFRJ. A célula de carga utilizada foi de 25kN, e a velocidade de ensaio foi de 2 mm/min. Os corpos de prova, em forma de placa, foram produzidos em uma matriz metálica nas frações de 0, 10, 20 e 30% em volume de fibras de ubim. Após o processo de cura, os corpos de prova foram cortados nas dimensões de 150 mm de comprimento, 15 mm de largura e 2 mm de espessura, adaptadas da norma. Foram produzidos 7 corpos de prova para cada fração de reforço, totalizando 28 amostras.

O ensaio teve como objetivo obter parâmetros como a tensão máxima (σ_{\max}), módulo de elasticidade longitudinal (E) e deformação máxima percentual (ϵ), bem como o gráfico tensão-deformação. As variáveis acima descritas são relacionadas através das Eqs. 3.17 e 3.18.

$$\sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{A_0} \quad (3.16)$$

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (3.17)$$

Sendo: σ_{\max} - Tensão máxima de engenharia; F_{\max} - Carga máxima; A_0 - Área inicial da seção reta do corpo de prova; E - Módulo de elasticidade; σ, ϵ - Tensão e deformação associada na região elástica.

3.6.2 Ensaio de Flexão

O ensaio de flexão foi realizado no Laboratório de Ensaos Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem (LNDC) da UFRJ, utilizando uma máquina de ensaios mecânicos Instron, modelo 3365. A técnica empregada foi a flexão em 3 pontos, com uma taxa de deformação de 2 mm/min. A capacidade da máquina foi de 100 kN e a distância entre os suportes foi de 96 mm. Os parâmetros utilizados no ensaio seguiram as diretrizes estabelecidas pela norma ASTM D790 (ASTM, 2017b).

Os corpos de prova foram confeccionados a partir das placas compósitas de 0 a 30% em volume de fibras, nas dimensões de 127 mm de comprimento, 13 mm de largura e 3 mm de espessura. Foram preparadas 6 amostras para cada fração volumétrica, totalizando 24 amostras.

A determinação da tensão máxima (σ_{\max}) e o módulo de elasticidade em flexão (E) foram calculados utilizando-se as Eqs. 3.19 e 3.20.

$$\sigma_{\max} = \frac{3LQ_m}{2bd^2} \quad (3.18)$$

$$E = \frac{Q_m L^3}{4bd^3 \Delta\gamma} \quad (3.19)$$

Sendo que: Q_m = Carga máxima L = Distância entre suportes; b = Largura; d = Espessura; $\Delta\gamma$ = Deflexão.

3.6.3 Ensaio de Impacto Izod

O ensaio de impacto foi empregado com o objetivo de avaliar a tenacidade ao impacto dos compósitos produzidos, obtendo a energia de fratura em Joules por metro (J/m). Os ensaios foram realizados nos compósitos reforçados com fibras de ubim contínuas e alinhadas nos percentuais de 0, 10, 20 e 30% em volume de fibras de acordo com a norma ASTM D256 (ASTM, 2018a). As placas compósitas foram cortadas nas dimensões dos corpos de prova, que seguem as especificações da norma com dimensões de 63,5 x 12,7 x 10 mm, conforme ilustrado na Figura 3.6. Foram utilizadas 6 amostras para cada grupo proposto, totalizando 24 amostras.

O ensaio foi realizado utilizando um pêndulo instrumentado da PANTEC, Modelo XC-50, disponível na Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ). O entalhe foi feito utilizando-se uma brochadeira manual Pantec, modelo Iz/Ch-50, no Laboratório de Compósitos e Fibras Naturais (LCFN) do IME, com 2,54 mm de profundidade e ângulo de 45°.

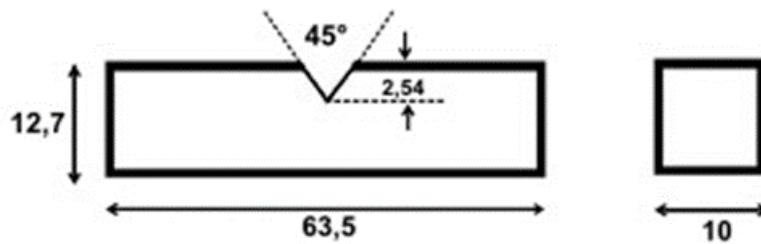


Figura 3.6 – Geometria adotada para produção dos corpos de prova para ensaios Izod.

3.6.4 Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

A análise de DMA foi realizada com o intuito de identificar os parâmetros de módulo de armazenamento (E'), módulo de perda (E'') e a tangente delta ($\tan \delta$), que estão relacionados ao comportamento viscoelástico do material, bem como parâmetros importantes como a temperatura de transição vítrea dos compósitos. Os compósitos foram fabricados na forma de amostras retangulares, nas dimensões 35 x 13 x 3 mm para os percentuais de 0, 20 e 30% em volume de fibra. O procedimento seguiu as diretrizes estabelecidas na norma ASTM D4065 ((ASTM, 2020b), e o modo de ensaio foi de flexão em três pontos, com as amostras fixadas em uma das extremidades (“*single cantilever*”). O equipamento utilizado no ensaio foi o DMA Q800 da TA Instruments, disponível na Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF). Os parâmetros do ensaio utilizados seguem abaixo:

- Amplitude = 20 μm ;
- Frequência: 1 Hz;
- Força estática / dinâmica = 2N
- Faixa de aquecimento de -50° a 200°C
- Taxas de aquecimento: 3°C/min;
- Atmosfera: nitrogênio

3.7 Espectroscopia no Infravermelho (FTIR)

O espectro de infravermelho fornece informações estruturais de uma molécula e permite, em conjunto com outros dados espectrais, a identificação de grupos funcionais químicos. A análise por espectrometria de infravermelho por transformada de Fourier foi utilizada para identificar e determinar os grupos funcionais presentes nas estruturas dos materiais em estudo.

As análises FTIR foram realizadas nas fibras de ubim e nos compósitos de 0 a 30% de volume de fibra. Tanto as amostras contendo fibra quanto os compósitos foram triturados ou raspados na condição mais próxima de pó para a preparação das pastilhas. Na preparação dessas amostras, foi acrescentado brometo de potássio (KBr) e o conjunto foi macerado em almofariz e pistilo de ágata, e prensado (pressão de 10 kgf.cm⁻²) sob vácuo por 5 min para a produção de uma pastilha.

As análises de FTIR foram feitas no laboratório do Instituto Militar de Engenharia (IME), em um espectrofotômetro Shimadzu IR-Prestige-21/AIM-880, na faixa de 4000 a 400 cm⁻¹ com resolução de 32 scans. Os dados obtidos foram tratados através do Software Origin Pro, com os respectivos espectros da porcentagem de transmitância (%) pelo número de onda (cm⁻¹).

3.8 Análises Térmicas

3.8.1 Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) foi realizada nos compósitos com frações de volume de fibra de 10, 20 e 30%, bem como nas fibras de ubim. As amostras foram trituradas e reduzidas a partículas manualmente com um pilão/almofariz. Em seguida, foram colocadas em um cadinho de platina. A análise foi realizada a partir da temperatura base do ensaio até 700 °C, sob atmosfera de nitrogênio, com taxa de vazão do gás de 50 ml/min e taxa de aquecimento de 10°C/min, conforme para ASTM E1131 (ASTM, 2003). O equipamento utilizado foi um analisador termogravimétrico da fabricante TA Instruments, modelo TGA Q-500, pertencente ao Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano (IMA/UFRJ). Os dados gerados foram tratados no programa Origin Pro e os gráficos correspondentes foram plotados.

3.8.2 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

Para a análise Calorimétrica Diferencial de Varredura (DSC), as fibras de ubim e os compósitos com frações de volume de fibra de 0 a 30% foram trituradas e reduzidas a partículas, seguindo o mesmo procedimento utilizado no ensaio de TGA. As amostras foram inseridas em cadinhos de alumínio e inseridas em uma máquina DSC-60 da Shimadzu (Tóquio, Japão), sob atmosfera de Nitrogênio a uma taxa de aquecimento de 10°C/min, e faixa de temperatura de 20°C a 400°C. O ensaio foi realizado no laboratório de Biomateriais do Instituto Militar de Engenharia – IME. Os dados gerados foram tratados através da utilização do programa Origin Pro e os gráficos correspondentes foram plotados.

3.9 Ensaio Balístico de Velocidade Residual

Esse ensaio teve como objetivo medir a capacidade de absorção de energia cinética dos compósitos com diferentes frações volumétricas de fibras de ubim (0, 10, 20 e 30%), através da medição da velocidade residual após o impacto de projéteis de .45 pol e 7,62 mm em alta velocidade.

3.9.1 Projéteis de 0.45 pol.

No ensaio de velocidade residual, utilizando munição de chumbo de calibre .45 e massa estimada de 14,4 g, foi utilizado um rifle de pressão Airforce Texan pertencente ao laboratório de ensaios balísticos do IME. Para a determinação da energia de absorção, dois cronógrafos balísticos ProChrono modelo Pal, com precisão de 0,31 m/s, foram usados para medir a velocidade do impacto e a velocidade residual.

O rifle de ar foi posicionado a 5 m de distância do alvo, que consistia de uma placa presa por um torno de bancada, alinhada perpendicularmente ao rifle. Um cronógrafo balístico foi posicionado a 10 cm antes do alvo, enquanto o outro foi colocado 10 cm atrás do alvo. Foram usadas 6 placas reduzidas para cada condição, recebendo um tiro cada uma, totalizando 24 tiros. A Figura 3.7 ilustra o sistema de detecção utilizado no ensaio de energia de absorção.



Figura 3.7 – mostra o sistema de detecção no ensaio de energia de absorção.

3.9.2 Projéteis de 7,62 mm

Para o ensaio de velocidade residual utilizando munição calibre 7,62X51 mm, com projétil de massa 9,7 gramas (tipo III da Tabela 2.1), foi utilizado um radar Doppler, modelo SL-520P, fabricado pela Weibel, pertencente ao centro de avaliações do exército (CAEx). Os disparos foram realizados a uma distância de 15 metros do alvo, conforme

especificado na norma NIJ 0101.06 (NIJ, 2008), e o ângulo de incidência do projétil no alvo de 90° . Utilizou-se os dados obtidos pelo radar Doppler para calcular a velocidade limite através das Eq. 3 e Eq. 4. Também foram considerados 6 placas reduzidas para cada condição, sendo que cada placa recebeu um tiro, totalizando 24 tiros. A Figura 3.8 apresenta um diagrama esquemático realizado no CAEX.

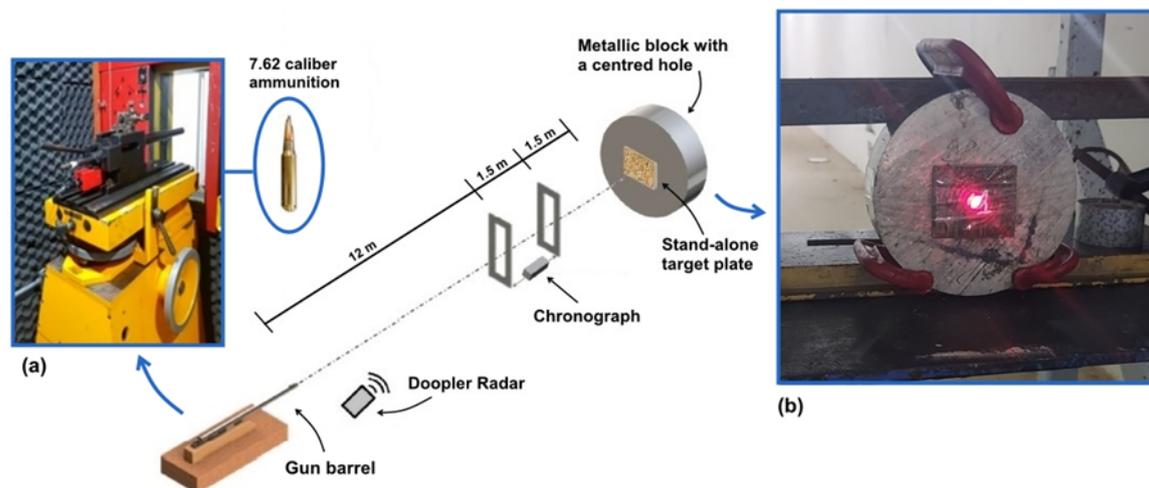


Figura 3.8 – Diagrama esquemático do CAEX de acordo com o procedimento padrão da NIJ 0101.06: (a) O cano da arma e a munição 7,62 x 51 mm utilizada; e (b) O procedimento de medição usando um feixe de laser indicando a direção do projétil com placa de fixação presa a um bloco redondo de metal

3.10 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para avaliar tanto as fibras de ubim quanto os ensaios mecânicos descritos anteriormente. O equipamento utilizado foi o MEV modelo Quanta FEG250 da FEI. Para a realização desta análise, foi necessário realizar uma deposição metálica na superfície das amostras, utilizando o equipamento LEICA modelo EM ACE600, ambos pertencente ao Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME) do IME.

A microscopia eletrônica de varredura foi empregada com o objetivo de analisar detalhadamente as características da superfície, estrutura e seção transversal das fibras. Nos compósitos, foram observadas as superfícies de fratura com o objetivo de identificar possíveis mecanismos de falha atuantes nos materiais ensaiados. Além disso, associar o comportamento mecânico e balístico à microestrutura dos materiais, levando em consideração a influência dos diferentes percentuais de reforço.

3.11 Método Estatístico

As metodologias de análise estatística utilizadas compreenderam a distribuição de Weibull, análise de variância ANOVA (*Analysis Of Variance*) e teste Tukey. Essas técnicas foram aplicadas com o objetivo de investigar o nível de confiabilidade, significância estatística e igualdade dos resultados obtidos (MORETTIN; BUSSAB, 2017; MONTGOMERY, 2019).

3.11.1 Weibull

A distribuição de Weibull é um método estatístico mais popular em aplicações de engenharia que exijam um nível de confiabilidade. Com ajuste de poucos parâmetros, é possível adequar-se a uma variedade de casos em diversos setores (O'CONNOR; KLEYNER, 2012). A equação de distribuição de Weibull é definida através da Eq. 3.20.

$$F(x) = 1 - \exp\left[-\frac{x^\beta}{\theta}\right] \quad (3.20)$$

Sendo que: θ = Unidade característica (ou parâmetro de escala); β = Módulo de Weibull (ou parâmetro de forma). Rearranjando-se a Eq. 3.20, obtém-se a Eq.3.21.

$$\ln\left[\ln\frac{1}{1-F(x)}\right] = \beta\ln(x) - [\beta\ln(\theta)] \quad (3.21)$$

Sendo que: β - coeficiente angular; $\beta \ln(\theta)$ - coeficiente linear.

A modelo de Weibull foi utilizado para analisar a confiabilidade estatística de alguns parâmetros medidos das fibras de ubim e seus compósitos.

3.11.2 Análise de Variância (ANOVA) e Teste Tukey

O método de análise de variância testa a significância estatística das diferenças médias entre diferentes grupos amostrais. A Análise de Variância (ANOVA) é um procedimento utilizado para comparar os efeitos de diferentes tratamentos e determinar a influência da variação desses tratamentos nas propriedades observadas. A distribuição por amostragem do teste “F” de Snedecor possui eficácia em identificar diferenças entre médias. O nível de significância adotado para todos os testes foi de 5%. Se o valor calculado de F ($F_{\text{calculado}}$) for maior do que o valor tabelado ou crítico ($F_{\text{crítico}}$), assume-se a hipótese nula (H_0), significando que as médias dos resultados dos tratamentos aplicados não apresentam diferença significativa entre si, ao nível de significância de 5%. Da mesma forma, se o valor calculado de F ($F_{\text{calculado}}$) for maior do que o valor tabelado ou crítico ($F_{\text{crítico}}$), pode-se assumir a hipótese alternativa (H_1), indicando que, ao nível de significância de 5% ou

nível de confiabilidade de 95%, existe uma diferença significativa entre as médias dos tratamentos aplicados.

A Tabela 3.1 apresenta um resumo dos parâmetros estatísticos utilizados na análise de variância.

Tabela 3.1 – Parâmetros utilizados na análise de variância (ANOVA).

Causas de variação	GL	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F calculado	F Crítico
Tratamentos	k -1	SQTr	QMT	QMT/QMR	Tabela F
Resíduo	k (r-1)	SQR	QMR		(5% de
Total	kr -1	SQT0			Significância)

Sendo: GL – n° de graus de liberdade; k - n° de tratamentos (tipo de agente modificador ou percentuais de volume de fibra); r - n° de repetições do tratamento; n - (n° de tratamentos) x (n° de repetições do tratamento); k(r-1) - n° de graus de liberdade do resíduo; (kr-1) - n° total de graus de liberdade; SQT - Soma dos quadrados dos tratamentos; SQR: soma dos quadrados do resíduo ($SQR = SQT0 - SQT$); SQT0: soma de quadrados total; QMT: quadrado médio dos tratamentos ($QMT = SQT / (k - 1)$); QMR: quadrado médio do resíduo ($QMR = SQR / k(k-1)$);

O somatório dos valores obtidos para cada tratamento representa o valor obtido para as propriedades.

$$SQT = \frac{\sum (\text{valor obtido para cada tratamento})^2}{r} - \frac{\sum (\text{valor obtido na propriedade})^2}{n} \quad (3.22)$$

$$SQT0 = \sum (\text{valor obtido na propriedade})^2 - \frac{\sum (\text{valor obtido na propriedade})^2}{n} \quad (3.23)$$

Quando o valor de F ($F_{\text{calculado}}$) for inferior ao F crítico ($F_{\text{crítico}}$), assume-se a hipótese nula, significando que as médias dos resultados dos tratamentos aplicados não apresentam diferença significativa entre si ao nível de significância de 5%. De modo análogo, a hipótese alternativa é aceita caso o valor de F ($F_{\text{calculado}}$) seja superior ao F crítico ($F_{\text{crítico}}$), dessa forma concluindo-se que ao nível de significância de 5% ou nível de confiabilidade de 95% que há diferença entre as médias dos tratamentos aplicados.

O teste de Tukey, também conhecido como teste de diferença honestamente significativa (HSD), avalia a igualdade entre os tratamentos ou ausência nos grupos de amostras diferentes aplicando um teste de hipóteses. A utilização do Teste de Tukey permite a comparação entre as médias obtidas dois a dois, para cada um dos tratamentos empregados. Assim, ao analisar os resultados, é possível rejeitar ou não a hipótese de igualdade entre

as médias comparadas, considerando a diferença mínima significativa (d.m.s.), conforme Eq 3.25.

$$d.m.s. = q \cdot \sqrt{\frac{QMR}{r}} \quad (3.24)$$

Sendo que: QMR – quadrado médio do resíduo; r - número de repetições de tratamento; q - amplitude total (tabelado - depende do GL, resíduo e n° de tratamentos).

Dessa forma, é possível analisar se os percentuais de reforço das fibras utilizados nos compósitos têm influência nos ensaios mecânicos realizados e obter conclusões quantitativamente e qualitativamente sobre a configuração que proporcionará resultados mais satisfatórios.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização das Fibras de Ubim

Nesta seção, serão apresentados os resultados da caracterização das fibras de ubim e de seus compósitos. A caracterização englobou a análise das propriedades físicas, químicas, térmicas e mecânicas, que são informações importantes para a compreensão das propriedades dos compósitos produzidos a partir dessas fibras. Além disso, os dados obtidos foram submetidos a análise estatística para uma melhor interpretação dos resultados.

4.1.1 Histogramas de variação geométrica e determinação da massa específica

Foi realizada uma análise estatística da distribuição de frequência (número de fibras) por intervalo de diâmetro. Essa análise foi feita com base na medição de 100 fibras selecionadas aleatoriamente e de forma individual. A Figura 4.1 apresenta o padrão de distribuição diametral de cada classe de fibras, bem como sua curva de distribuição normal correspondente.

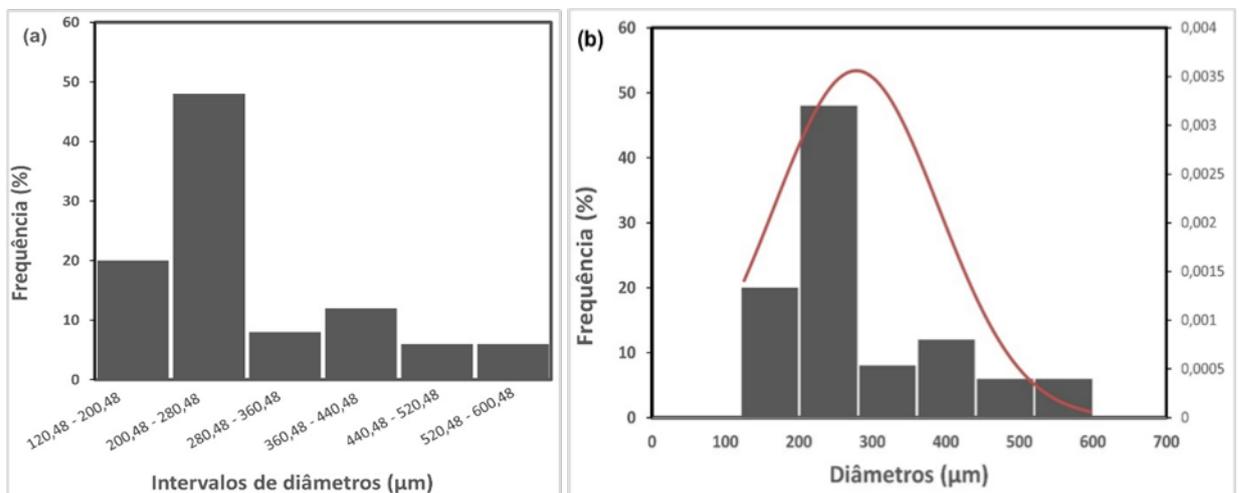


Figura 4.1 – Frequência do número de fibras de ubim por intervalo de diâmetro (a) e curva de distribuição normal (b).

As fibras foram divididas em seis faixas de diâmetros, conforme apresentado na Figura 4.1(a). É possível observar uma curva que apresenta comportamento similar à de uma distribuição normal dentro do intervalo de diâmetro de 120,48 a 600,48 μm Figura 4.1(b). No intervalo 1, que compreende a faixa de 120,48 μm a 200,48 μm , encontram-se as fibras com menores diâmetros, totalizando 20 fibras. Nesse intervalo, houve uma maior dificuldade em conseguir fibras mais finas, visto que o processo de extração de cada fibra é manual e requer maior destreza e habilidade por parte do operador. Além disso, como

a extração da fibra envolveu a participação de diferentes colaboradores, é possível que tenham ocorrido variações no processo de desfiamento e separação das fibras, o que pode ter influenciado a distribuição dos diâmetros encontrados. Além disso, é comum enfrentar maiores dificuldades ao desfiar fibras de menor diâmetro sem que ocorra o rompimento das mesmas.

O intervalo 2 apresentou o maior número de fibras, compreendendo a faixa de diâmetro entre 200,48 μm e 280,45 μm , com uma frequência de 48 fibras. Essa maior quantidade de fibras nesse intervalo pode estar relacionada à uniformidade das fibras nessa faixa de diâmetro. Além disso, a extração das fibras nesse intervalo foi visualmente mais fácil, o que contribuiu para o maior número de fibras encontradas.]

As fibras com maiores diâmetros, localizadas entre os intervalos 3 e 6 (280,48 a 600,48 μm), apresentaram menor frequência (8, 12, 6 e 6). Essa baixa porcentagem de fibras mais grossas pode ser atribuída ao fato de que fibras com maiores diâmetros tendem a ter uma maior quantidade de defeitos, o que as tornam mais frágeis e suscetíveis a rompimento durante o processo de extração manual. Isso acaba por dificultar a obtenção de um número significativo de fibras grossas. Em Monteiro et al. (2011), é explicado que FNLs com diâmetros menores possuem quantidades reduzidas de defeitos internos, o que melhora suas propriedades mecânicas e as tornam mais resistentes.

A determinação do diâmetro médio das fibras foi realizada por meio da utilização de microscopia óptica, constando de 30 pontos de coletas ao longo do comprimento útil de cada fibra. No presente estudo, foram coletadas 100 amostras de fibras de ubim para análise. A Figura 4.2 lustra o procedimento de medição do diâmetro em um dos pontos selecionados.

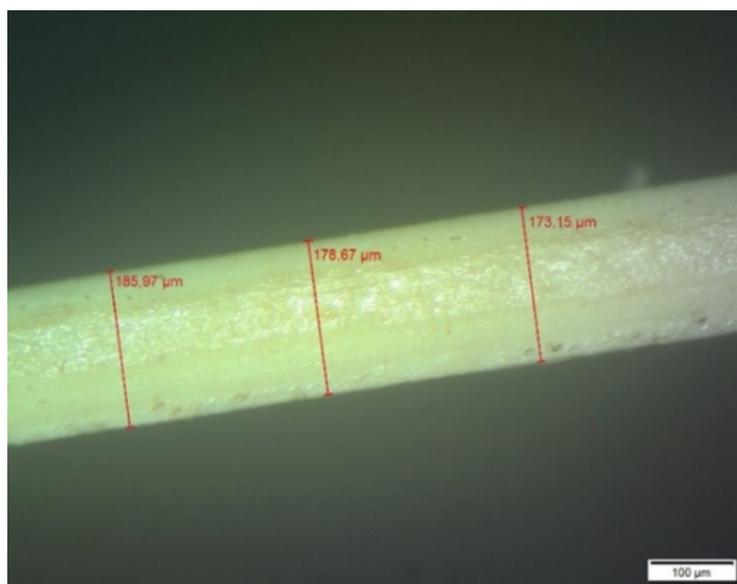


Figura 4.2 – Medição do diâmetro das fibras, aumento 5x.

A partir dos dados obtidos na coleta, foi possível estimar um diâmetro médio de $277,88 \pm 112,01 \mu\text{m}$. As análises realizadas no microscópio óptico também colaboraram para a identificação da geometria das fibras, que apresentaram uma seção transversal aproximadamente elíptica. Essa característica já foi relatada por outros pesquisadores ao estudarem diferentes FNLs, como evidenciado no estudo realizado por Monteiro *et al.* (2011).

Através do método geométrico, foram obtidos os valores médios de massa específica e frequência para cada intervalo de diâmetro das fibras de ubim, conforme apresentado na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Valores de frequência e massa específica média obtidos por meio do método geométrico para cada intervalo de diâmetro das fibras de ubim

Intervalo de Diâmetro (m)	Frequência	Massa Específica (g/cm^3)	Desvio Padrão
120,48 - 200,48	20	1,187	0,117
200,48 - 280,48	48	1,009	0,093
280,48 - 360,48	8	0,837	0,072
360,48 - 440,48	12	0,651	0,031
440,48 - 520,48	6	0,628	0,029
520,48 - 600,48	6	0,581	0,025
	Média	0,816	0,061

A massa específica média obtida pelo método geométrico foi de $0,82 \text{ g}/\text{cm}^3$, com desvio padrão de $\pm 0,06$. Conforme pode ser observado na Tabela 4.1, há uma tendência de redução da massa específica das fibras à medida que o diâmetro aumenta. Como já mencionado anteriormente, essa variação pode estar relacionada à redução dos defeitos internos presentes nas fibras mais finas. Essas fibras, por serem mais compactas, possuem menos espaços vazios em sua microestrutura em comparação com as fibras de diâmetro maior, o que conseqüentemente as torna menos suscetíveis à ocorrência de defeitos internos (MONTEIRO *et al.*, 2011).

Com base nos dados apresentados na Tabela 4.1, foi traçada uma curva que relaciona a massa específica com cada intervalo de diâmetro estudado. A Figura 4.3 ilustra o padrão observado.

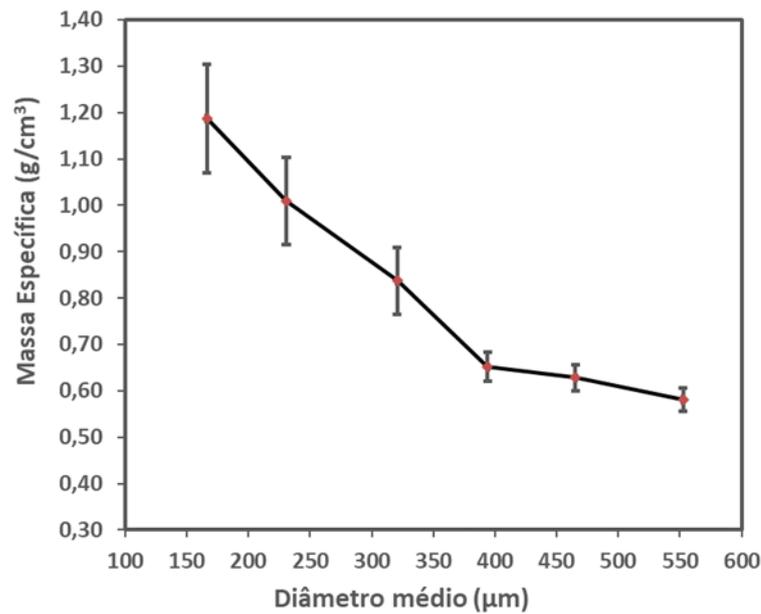


Figura 4.3 – Dependência da massa específica da fibra em relação ao diâmetro.

Ao analisar a Figura 4.3, fica mais perceptível a redução na massa específica à medida que o diâmetro médio das fibras aumenta. Esse padrão de relação inversa entre o diâmetro médio das fibras e a sua massa específica, também foi relatado por Monteiro et al. (2011). Além disso, em outros estudos que investigaram a variação das propriedades das FNLs em relação a sua massa específica, também foi relatado esse mesmo comportamento (SATYANARAYANA; ARIZAGA; WYPYCH, 2009; SATYANARAYANA *et al.*, 2011; REIS *et al.*, 2019).

Para interpretar os resultados de massa específica, realizou-se uma análise estatística utilizando o método de Weibull. A Tabela 4.2 apresenta os parâmetros obtidos por meio do software que incluem o módulo de Weibull (β), o parâmetro de normalização (θ) e o ajuste de precisão (R^2). Esses parâmetros são importantes para caracterizar a distribuição dos dados e avaliar a confiabilidade das informações obtidas.

Tabela 4.2 – Parâmetros de Weibull para a massa específica de fibras de ubim associadas com diferentes intervalos pelo método geométrico.

Intervalo de diâmetro (μm)	β	θ	R^2	Massa Específica Média (g/cm^3)
120,48 - 200,48	11,352	1,342	0,950	1,187
200,48 - 280,48	26,305	1,017	0,970	1,009
280,48 - 360,48	11,267	0,802	0,970	0,837
360,48 - 440,48	22,379	0,665	0,903	0,651
440,48 - 520,48	22,565	0,641	0,944	0,628
520,48 - 600,48	22,728	0,593	0,822	0,581

De maneira geral, ao analisar a Tabela 4.2, observa-se que os valores do parâmetro

estão muito próximos da massa específica média da fibra de ubim e seguem a mesma tendência de variar inversamente com o diâmetro da fibra. Além disso, o coeficiente R^2 apresenta valores entre 82 a 97%, o que indica que a curva ajustada se encontra dentro de uma faixa de confiabilidade estatística relevante para a análise dos dados de massa específica.

Outro método utilizado para determinar o valor de massa específica é o método de Arquimedes, que também foi empregado neste estudo. A Tabela 4.3 apresenta os resultados obtidos por essa abordagem. Esses dados são importantes para comparação dos resultados e a confiabilidade dos métodos utilizados na determinação da massa específica das fibras de ubim.

Tabela 4.3 – Massa específica da fibra de ubim a partir do método de Arquimedes.

Amostra	M_1	M_2	M_3	M_4	Massa Específica (g/cm^3)
1	23,945	21,831	22,379	21,806	0,727
2	23,945	21,831	22,537	21,792	0,735
3	23,945	21,831	22,425	21,812	0,724
4	23,945	21,832	22,364	21,851	0,707
5	23,945	21,834	22,435	21,83	0,717
6	23,945	21,834	22,375	21,761	0,750
7	23,945	21,834	22,391	21,792	0,735
8	23,945	21,833	22,287	21,775	0,741
9	23,945	21,834	22,398	21,828	0,718
10	23,945	21,834	22,824	21,744	0,777
				Média	0,733
				DP	0,020

Para a utilização do método de Arquimedes, adotou-se a densidade do líquido (gasolina) de $0,715 \text{ g}/\text{cm}^3$. O valor de massa específica obtido nesse ensaio foi de $0,73 \text{ g}/\text{cm}^3$, com um desvio padrão de $\pm 0,020$. É importante destacar que esse resultado está muito próximo ao obtido pelo método geométrico, o que demonstra a confiabilidade das medições e reforça a consistência dos resultados pelos métodos utilizados.

Por fim, o terceiro e último método empregado para determinar a massa específica da fibra foi o método da picnometria gasosa, que registou um valor médio de massa específica de $1,8604 \text{ g}/\text{cm}^3$, com desvio padrão de $\pm 0,2596$. Embora os valores da massa específica obtidos pelos métodos geométrico e de Arquimedes tenham se assemelhado, o método de picnometria gasosa não apresentou resultados próximos aos demais métodos de avaliação utilizados. Provavelmente, o aumento na massa específica por picnometria gasosa está relacionado às condições climáticas durante o ensaio, que possivelmente favoreceram a absorção de água nas áreas imperfeitas da fibra. Outro fator é a presença de porosidade aberta existente nas FNLs. Como o gás hélio usado no processo de picnometria tem a capacidade de preencher o volume dos poros abertos, é possível que apenas a

massa específica da porção lenhosa do material tenha sido calculada, o que possivelmente influenciou no resultado final (NASCIMENTO, 2017). Os valores obtidos de massa específica para a fibra de ubim pelo método geométrico e método de Arquimedes se assemelharam, demonstrando maior confiabilidade. Foi adotado nesse trabalho a massa específica média de Arquimedes de $0,73 \text{ g/cm}^3 \pm 0,02$.

A massa específica da fibra de ubim é semelhante à de outras NFLs pesquisadas na literatura, como *Calamus tenuis* ($0,72 \text{ g/cm}^3$), *Raffia textilis* ($0,75 \text{ g/cm}^3$), *Palm Tree* ($0,85 \text{ g/cm}^3$) e *Corypha taliera* ($0,86 \text{ g/cm}^3$) (KAR; SAIKIA, 2023). Todas essas FNLs pertencem à família *Arecaceae*, a mesma família que se encontra a fibra de ubim.

4.1.2 Determinação da Porosidade

A Tabela 4.4 apresenta os valores médios encontrados de porosidade total, porosidade aberta e porosidade fechada para cada intervalo de diâmetro.

Tabela 4.4 – Porosidade total, aberta e fechada calculada para os diferentes intervalos de diâmetro.

Intervalo de Diâmetro (μm)	Porosidade Total (%)	Porosidade Aberta (%)	Porosidade Fechada (%)
120,48 - 200,48	-	-	-
200,48 - 280,48	-	-	-
280,48 - 360,48	-	-	-
360,48 - 440,48	65,00%	11,19%	53,81%
440,48 - 520,48	66,49%	14,32%	52,16%
520,48 - 600,48	68,76%	20,74%	48,03%
	66,75%		

Para os três primeiros intervalos de diâmetros (120,48 a 360,48 μm), não foi possível calcular a porosidade total, pois a densidade medida por Arquimedes (ρ_{Ap}) foi menor do que a obtida geometricamente (ρ_{g}). Nos intervalos de diâmetro subsequentes, observou-se que em diâmetros maiores há uma tendência de aumento da porosidade total (fração de espaço interno da fibra que não é preenchido pelo material sólido) e da porosidade aberta (fração de poros interconectados que estão acessíveis para fluidos e gases em contato com a superfície externa da fibra). Essa característica pode ser explicada, mais uma vez, pela maior quantidade de defeitos em fibras com maiores diâmetros (MONTEIRO *et al.*, 2010). Outro ponto observado são os percentuais de porosidade fechada, que exibem percentuais superiores aos da porosidade aberta, indicando uma maior quantidade de cavidades aéreas e espaços vazios presentes na superfície interna da fibra, onde há uma expressiva concentração de lumens (CUNHA, 2022).

Considerando os intervalos de fibras com maiores de diâmetros, sugere-se que nesses intervalos, as fibras apresentam elevada porosidade quando comparadas a outras fibras naturais. Nesses intervalos com maiores diâmetros, a fibra de ubim demonstrou ser bastante porosa, com uma média de porosidade total em torno de 67%. Outras FNLs presentes na

literatura, apresentam porosidade um pouco menor, como Juta, Coco e Aloe (40,08%, 45% e 47,86%), respectivamente (SUTHENTHIRAVEERAPPA; GOPALAN, 2017; LUZ *et al.*, 2017), e porosidade próxima a de Cipó-titica (69%) (CUNHA *et al.*, 2021).

4.1.3 Teor de Umidade

O teor de umidade das fibras naturais é uma propriedade importante que está relacionada à quantidade de água presente na fibra. Essa característica é influenciada pela fração de partes não cristalinas e pela concentração de espaços vazios presentes na fibra. Em geral, as FNLs possuem uma natureza hidrofílica, o que significa que elas tendem a absorver água. Por outro lado, as resinas epóxi utilizadas para reforçar as fibras são hidrofóbicas, ou seja, elas repelem água.

Determinar o teor de umidade da fibra é importante para o desempenho dos materiais compósitos fabricados com fibras naturais e resina epóxi. O excesso de umidade na fibra pode levar à formação de bolhas de ar durante o processo de cura, por exemplo, e comprometer a resistência mecânica do material. A Tabela 4.5 apresenta os resultados obtidos de acordo com a norma ASTM-D1348 (ASTM, 2008).

Tabela 4.5 – Percentual de umidade da fibra de ubim.

Amostras	Massa úmida (g)	2h	2h30min	3 h	3h 30 min	4h	Teor de umidade (%)
1	1,103	1,013	0,978	0,967	0,951	0,954	15,62%
2	1,169	1,067	1,052	1,019	1,013	1,009	15,86%
3	1,301	1,203	1,145	1,131	1,119	1,116	16,58%
4	1,113	1,031	0,983	0,979	0,968	0,965	15,34%
5	1,146	1,065	1,025	1,012	1,002	0,998	14,83%
						Média	15,64%
						D.P.	0,58%

Os resultados obtidos indicam que o teor de umidade médio da fibra de ubim é de 15,64%, com um desvio padrão de $\pm 0,58$. Ao comparar com outras fibras naturais encontradas na literatura, o teor de umidade da fibra de ubim apresenta valores muito semelhantes aos de junco sete ilhas e rami. A Tabela 4.6 possibilita essa comparação, trazendo valores de teor de umidade de outras fibras naturais.

Tabela 4.6 – Teor de umidade das fibras de ubim e outras FNLs.

Fibra	Teor de umidade (%)	Referência
Ubim	15,64	PT*
Junco-sete-ilhas	15,23	Neuba <i>et al.</i> (2022)
Rami	15	Mahir <i>et al.</i> (2019)
Coco	10,0	Dasore <i>et al.</i> (2022)
Banana	10,5	Dasore <i>et al.</i> (2022)
Juta	13,7	Dip <i>et al.</i> (2018)
Sisal	11,0	Faruk <i>et al.</i> (2012)
Cipó-titica	11,4	Cunha <i>et al.</i> (2021)

Ao analisar a Tabela 4,6, é possível observar que as fibras de ubim utilizadas neste estudo apresentam um teor de umidade um pouco mais elevado se comparado a outras FNLs, como coco, banana, juta, sisal e cipó-titica. Essa variabilidade pode ser explicada por vários fatores que impactam diretamente as propriedades das FNLs, como o local de cultivo, a idade da planta e o local de armazenamento (MONTEIRO *et al.*, 2011).

4.1.4 Composição Química da Fibra

A análise dos constituintes químicos das FNLs desempenha um papel importante na compreensão de diversas propriedades desses materiais, incluindo as propriedades mecânicas. A Tabela 4.7 apresenta os resultados dos teores de extrativos, lignina, hemicelulose e celulose para as fibras de ubim, comparando-os com outras FNLs.

Tabela 4.7 – Composição química da fibra de ubim em comparação a outras FNLs.

Fibra	Extrativos (%)	Lignina (%)	Hemicelulose (%)	Celulose (%)	Referência
Ubim	31 ± 4,2	16 ± 4,2	37	16	PT
Bagaço de Cana	-	19-25,3	16,8	32-55	Ramesh (2016)
Bamboo	-	21-31	30	26-43	Ramamoorthy, Skrifvars e Persson (2015)
Carnaúba	4,8	36,9	40,9	20,2	Junio <i>et al.</i> (2022)
Kenaf	-	15-19	21,5	31-39	Ramamoorthy, Skrifvars e Persson (2015)
Malva	-	11	28	58,8	Cunha <i>et al.</i> (2021)
Phoenix D.L.	-	20,1	15,4	35	Alotaibi <i>et al.</i> (2019)

Ao analisar as fibras listadas na Tabela 4.7, verifica-se que a fibra de ubim possui um teor elevado de extrativos. Essa maior presença de extrativos na fibra de ubim pode estar relacionada à quantidade de pó cerífero presente nas fibras analisadas. As substâncias cerosas presentes nas fibras naturais geralmente influenciam nas características de molhabilidade e adesão (MOHANTY *et al.*, 2000). A redução dos teores desses constituintes desempenha um papel importante ao promover ligações mais fortes entre a fibra e a matriz, resultando em melhora das propriedades mecânicas do compósito ao promover efetivamente o intertravamento mecânico. Porém nenhum tratamento foi realizado nesse estudo.

As fibras de ubim possuem um teor de lignina próximo ao do kenaf, mas em relação a maioria das FNLs exibidas na tabela, apresentam teor mais baixo. O teor de lignina tem influência nas propriedades de absorção de umidade, uma vez que é um polímero mais hidrofóbico que a celulose (HUBBE; LUCIA, 2007). Isso indica que fibras com teor reduzido desse componente têm menor resistência à absorção de água. A lignina também desempenha um papel fundamental na estrutura, propriedades e morfologia das fibras (MOHANTY *et al.*, 2000). Ela tem a função de ligante amorfo entre as fibrilas, promovendo a associação entre a celulose e a hemicelulose. A lignina está presente em todas as camadas da parede celular da fibra, porém encontra-se mais concentrada nas camadas primárias e secundárias (FENGEL; WEGENER, 2011). As fibras de ubim apresentaram um alto percentual de hemicelulose em comparação com as outras FNLs listadas na Tabela 14 e possuem um valor próximo ao da fibra de carnaúba. A hemicelulose confere elasticidade

as fibras, evitando o contato direto entre as microfibrilas. A hemicelulose é parcialmente solúvel em água (SPINACÉ *et al.*, 2009).

Por fim, em menores percentuais, as fibras de ubim apresentam a menor fração de celulose entre todas as outras fibras listadas na Tabela 14. A celulose está diretamente relacionada à resistência mecânica das FNLs (DEMOSTHENES *et al.*, 2020). Portanto, o baixo teor de celulose nas fibras de ubim pode ser indicativo de propriedades mecânicas inferiores apresentadas por essas fibras.

4.1.5 Caracterização por FTIR

A análise de FTIR foi realizada para caracterizar a estrutura química apresentada pela fibra de ubim, assim como os componentes químicos fundamentais presentes em fibras naturais. A Figura 4.4 apresenta as principais bandas de adsorção obtidas por esta técnica.

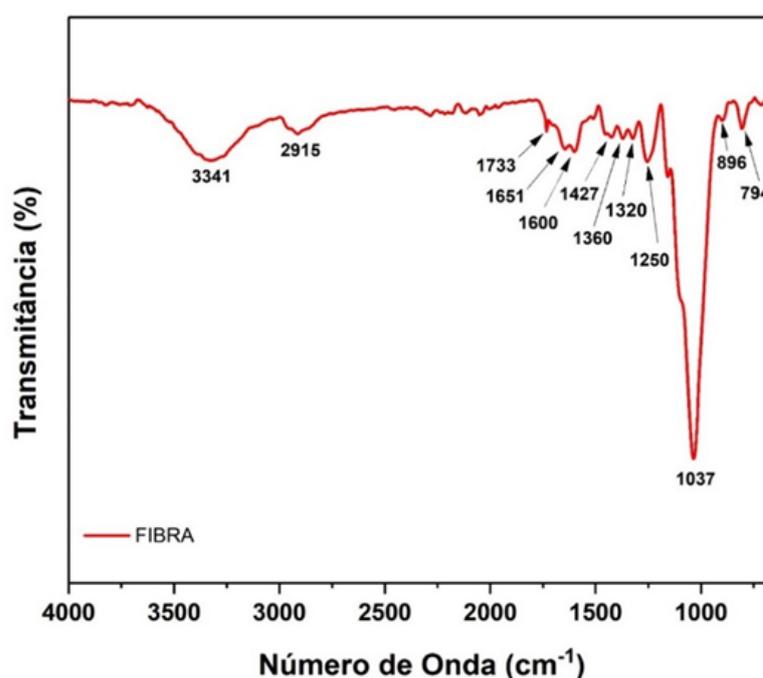


Figura 4.4 – Espectro de FTIR da fibra ubim.

O espectro de FTIR da fibra de ubim mostrado na Figura 4.4 apresenta bandas de absorção de grupos químicos característicos dos componentes das fibras naturais. Uma ampla banda de absorção observada em torno de 3341 cm^{-1} é atribuída ao grupo hidroxila (ligação simples OH). Essa faixa de absorção é característica da presença de água na superfície das fibras naturais e de álcoois existentes nos constituintes das fibras, como celulose, lignina e hemicelulose (VIJAY *et al.*, 2022; MANIMARAN *et al.*, 2018).

A banda observada no pico em 2915 cm^{-1} está associada a grupos de CH e CH_2 . Isso está relacionado a grupos alifáticos ricos em celulose e hemicelulose (LI *et al.*, 2020; NEVES

et al., 2020; BELOUADAH; ATI; ROKBI, 2015). Em 1733 cm^{-1} , a banda correspondente refere-se às ligações C=O, pertencentes a grupos funcionais (ácidos carboxílicos, alifáticos e cetonas) presentes na hemicelulose e lignina (VINOD; SANJAY; SIENGCHIN, 2021; REIS *et al.*, 2019). Uma banda de alongamento é observada em 1651 cm^{-1} , correspondendo também a ligações C=O, em conjugação com anéis aromáticos, associada à hemicelulose (RIBEIRO *et al.*, 2021).

A faixa de absorção: 1600 cm^{-1} é atribuída ao anel aromático (C=C) presente na lignina (AZAM *et al.*, 2023). O pico em torno de 1427 cm^{-1} corresponde aos grupos (CH₂) da celulose (BELOUADAH; ATI; ROKBI, 2015; KAYAMBU; RAMASUBBU, 2022; NKAPLEWEH *et al.*, 2022). Os dois picos observados em 1360 cm^{-1} e 1320 cm^{-1} podem ser atribuídos à vibração de flexão do CH₂ e à deformação angular simétrica no plano dos grupos CH₂ respectivamente (GOPINATH; BILLIGRAHAM; SATHISHKUMAR, 2023; MELO *et al.*, 2022). Já em 1250 cm^{-1} , refere-se ao estiramento C-O do grupo acetil na lignina (MAHESHWARAN *et al.*, 2018). No pico com maior intensidade em 1037 cm^{-1} , corresponde aos grupos C-O da celulose (BELOUADAH; ATI; ROKBI, 2015). A banda em 896 cm^{-1} surge do alongamento de COC nas ligações β -glicosídicas em celulose e hemicelulose (ZHUANG *et al.*, 2020). Por fim, em 794 cm^{-1} , é característico da lignina e indicativo do alongamento de CH aromático (BISWAS; FORD, 2022).

Os picos observados na Figura 4.4 são apresentados na Tabela 4.8, com as principais bandas de adsorção obtidas por FTIR, para às fibras de ubim.

Tabela 4.8 – Espectro de FTIR da fibra ubim.

Nº de Onda (cm ⁻¹)	Atribuição da banda	Referência
3341	Ligação O-H (Celulose, Hemicelulose e Lignina)	Vijay <i>et al.</i> (2022); Manimaran <i>et al.</i> (2018).
2915	Estiramento CH e CH ₂	Li <i>et al.</i> (2020); Neves <i>et al.</i> (2020); Belouadah; Ati; Rokbi (2015)
1733	Ligações C=O (Hemicelulose e Lignina)	Vinod; Sanjay; Siengchin (2021); Reis <i>et al.</i> (2019)
1651	Ligações C=O (anéis aromáticos) (Hemicelulose)	Ribeiro <i>et al.</i> (2021)
1600	Estiramento C=C (anel aromático) (Lignina)	Azam <i>et al.</i> (2023)
1427	Grupos CH ₂ (celulose)	Belouadah; Ati; Rokbi (2015); Kayambu; Ramasubbu (2022); Nkapleweh <i>et al.</i> (2022)
1360	Vibração de flexão do CH ₂	Gopinath <i>et al.</i> (2023); Melo <i>et al.</i> (2022)
1320	Deformação angular simétrica no plano dos grupos CH ₂	Gopinath <i>et al.</i> (2023); Melo <i>et al.</i> (2022)
1250	Estiramento C-O do grupo acetil (Lignina)	Maheshwaran <i>et al.</i> (2018); Silva <i>et al.</i> (2016)
1037	Estiramento C-O (Celulose, Hemicelulose e Lignina)	Belouadah; Ati; Rokbi (2015)
896	Estiramento COC nas ligações β-glicosídicas (Celulose e Hemicelulose)	Zhuang <i>et al.</i> (2020)
794	Estiramento CH aromático	Biswas; Ford (2022)

4.1.6 Análises Térmicas

Estudos que investigam as propriedades térmicas das fibras naturais são extremamente importantes para a compreensão do comportamento desses materiais em diferentes condições de temperatura. É possível prever as melhores condições de processamento, estabelecer tempos de processamento ideais para obter as melhores propriedades mecânicas e físicas, e assim descobrir como se comportam quando expostas a altas temperaturas e prever sua durabilidade e estabilidade em diferentes condições de uso.

A análises termogravimétrica (TGA) mostra o processo de perda de massa da fibra de ubim em função da temperatura. As curvas termogravimétricas derivadas (DTG) correspondem à derivada primeira das curvas TGA e relacionam a variação de massa em relação ao tempo, em função da temperatura (NURAZZI *et al.*, 2021). A Figura 4.5 mostra as curvas TG/DTG para a fibra de ubim. Acima de 700 °C, a curva TG permaneceu horizontalmente constante, indicando não haver mais perda de massa.

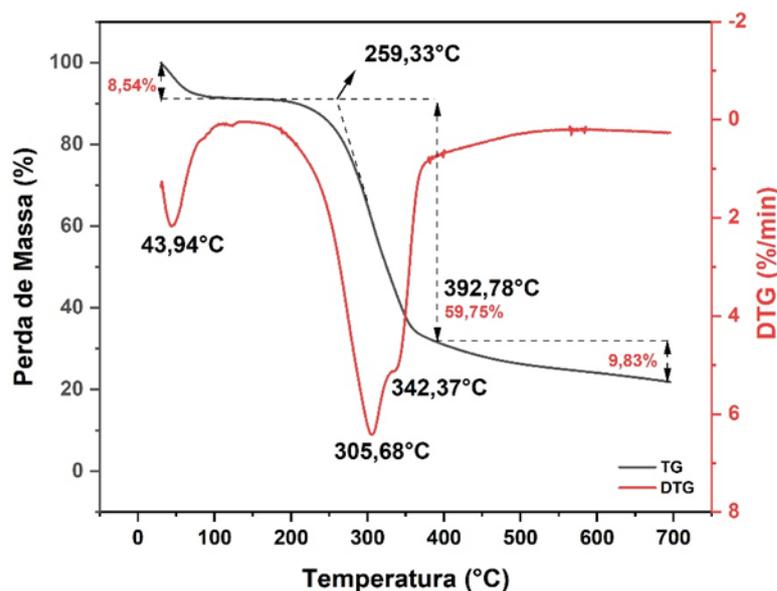


Figura 4.5 – Curvas de TGA e DTG para a fibra de ubim.

A curva TG da fibra Ubim mostrado na Figura 4.5 reúne informações sobre os eventos térmicos que ocorrem durante o ensaio. No estágio inicial de degradação, foi observado uma redução significativa de massa de 8,54% na fibra de ubim a uma temperatura de 43,94°C. A análise da curva DTG indica que esse evento ocorreu de forma lenta. Essa degradação provavelmente está relacionada à perda de umidade superficial presente na fibra, o que é esperado devido à natureza hidrofílica das fibras naturais (SARAVANAKUMAR *et al.*, 2013).

No segundo estágio, ocorreu o evento mais significativo de degradação da fibra de ubim, com uma taxa máxima de perda de massa de 59,75%. Esse evento foi registrado na faixa de temperatura entre 259°C e 392°C e provavelmente está associado à perda de extrativos e componentes estruturais da fibra, como hemicelulose, celulose e lignina, os quais tendem a se degradar quando expostos a temperaturas acima de 220°C (NEUBA *et al.*, 2020; LIMA *et al.*, 2019; MONTEIRO *et al.*, 2012). A curva de DTG indica que esse evento ocorreu de maneira rápida em comparação ao evento anterior de perda de água e extrativos. Além disso, a curva DTG mostra que nessa faixa de temperatura, ainda no intervalo entre 259°C e 392°C, são registrados dois picos principais. O primeiro em 305°C, pode estar associado a degradação da hemicelulose e das ligações glicosídicas da celulose (INDRAN; RAJ; SREENIVASAN, 2014). O segundo pico, foi observado em 342,37°C na forma de um “ombro”, está relacionado à perda da celulose I e α -celulose (KATHIRSELVAM *et al.*, 2019; BHATNAGAR, 2016). Alguns estudos na literatura mostram picos semelhantes para fibras de cânhamo, juta e kenaf, observados a 308,2°C, 298,2°C e 307,2°C, respectivamente (YAO *et al.*, 2008). Por fim, após esses eventos, uma terceira etapa ocorre a uma taxa mais lenta e constante, com perda de massa de 9,83% até 700°C, com perda total de 78,12%.

Foi realizada uma segunda análise térmica nas fibras de ubim utilizando a técnica

de calorimetria exploratória diferencial (DSC). Essa técnica se baseia no registro do fluxo de calor relacionado a transformações térmicas nos materiais, em relação à temperatura e ao tempo (LUZ *et al.*, 2008). Essa técnica é importante porque fornece dados qualitativos e quantitativos relacionados sobre processos de absorção de energia (endotérmicos) ou liberação de energia (exotérmicos), e consegue-se extrair informações sobre eventos térmicos característicos das fibras, como perda de umidade, temperaturas de estabilidade térmica e decomposição de seus constituintes. As fibras em estudo foram submetidas à análise por DSC, os dados obtidos nesse procedimento estão representados na Figura 4.6.

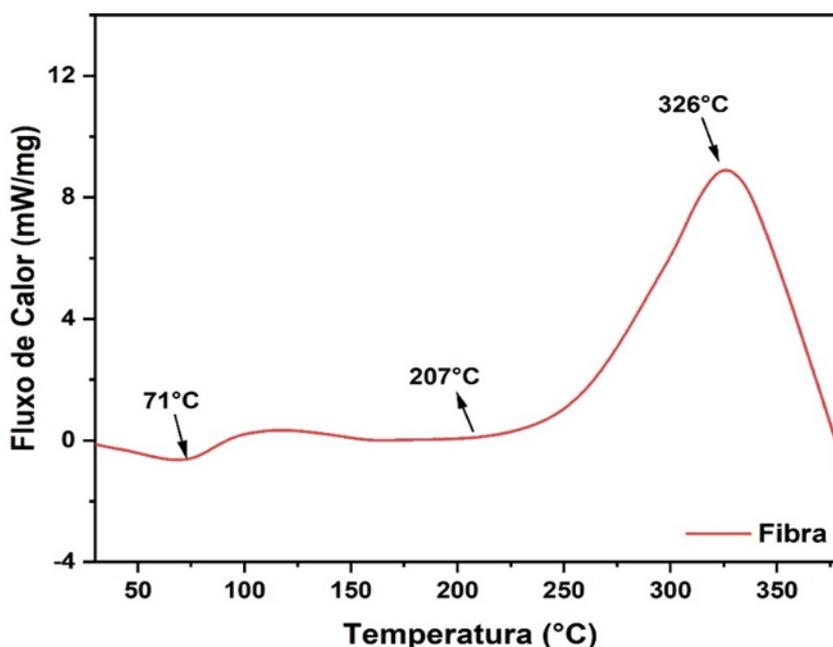


Figura 4.6 – Curva de DSC para a fibra de ubim.

As FNLs apresentam vários passos de degradação, em que cada constituinte é responsável por uma reação em determinada temperatura. A curva apresentada no gráfico de DSC, Figura 4.6, apresenta um pico endotérmico inicial a 71 °C, que pode ser atribuído à liberação de umidade aderida à superfície hidrofílica da fibra e à temperatura de transição vítrea (Tg). Essa informação se correlaciona com o que foi apresentado na curva de TG, indicando o início da perda de água antes de 100°C. Outras fibras estudadas na literatura também mostram similaridade com a Tg encontrada nesse trabalho, como Caranan 64°C (SOUZA *et al.*, 2020), Cipó-titica 76°C (CUNHA *et al.*, 2021), Kenaf 80°C (SILVA *et al.*, 2021), Palm rachis 88°C (BOUMEDIRI *et al.*, 2019), e Juta 61°C (RAMACHANDRAN; BANSAL; RAICHURKAR, 2016).

Além disso, ainda é observado um pico de carácter exotérmico por volta de 326°C, que se inicia em torno de 207°C, provavelmente associado ao começo da degradação dos constituintes das FNLs, como lignina, hemicelulose e parte da celulose I (BHATNAGAR, 2016). As reações exotérmicas podem ser correlacionadas às perdas de massa observadas

na curva termogravimétrica na Figura 4.5, quanto à degradação dos constituintes presentes nas fibras de ubim.

4.1.7 Difração de Raios X

A Difração de raios X (DRX) é uma das principais técnicas de caracterização microestrutural de materiais lignocelulósicos. É possível obter informações importantes, como o índice de cristalinidade (I_c) e o ângulo microfibrilar (AMF). O I_c é uma medida da proporção de celulose cristalina em relação à celulose amorfa. Como a celulose cristalina é altamente organizada, ela confere maior rigidez e resistência mecânica às FNLs. Assim, um maior I_c está associado a uma maior resistência mecânica das FNLs. Por outro lado, o AMF está relacionado à inclinação das fibras em relação ao seu eixo principal. Uma inclinação menor condiz com fibras mais alinhadas e organizadas, o que pode conferir melhores propriedades mecânicas. Assim, um menor AMF está associado a uma maior resistência mecânica das FNLs (MONTEIRO *et al.*, 2011; PETROUDY, 2017; AZWA *et al.*, 2013). Essas propriedades são obtidas através difratograma de raios X apresentado na Figura 4.7.

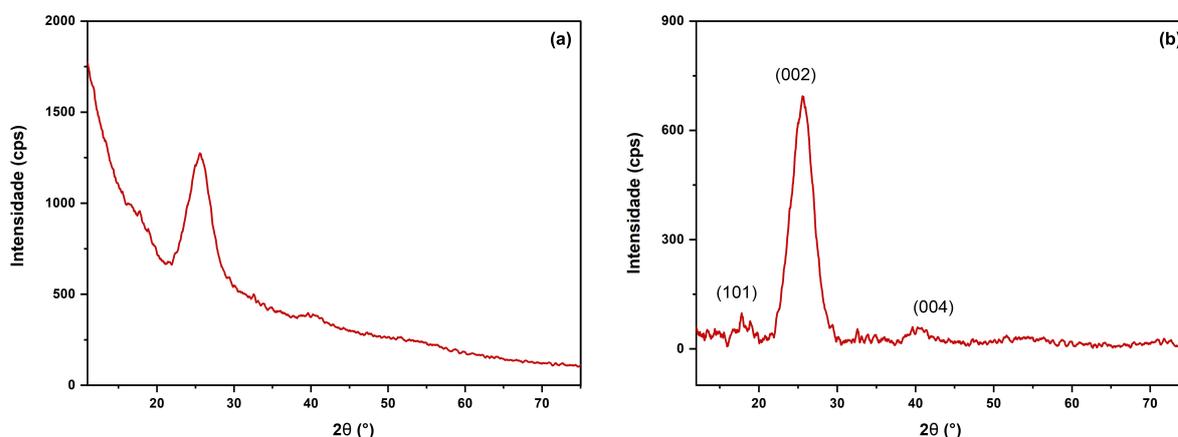


Figura 4.7 – (a) Difratoograma de fibras de ubim; (b) Padrão de DRX das fibras de ubim com base normalizada.

A Figura 4.7(a) apresenta o difratograma das fibras de ubim, no qual as propriedades cristalinas das fibras foram determinadas por meio de tratamentos utilizando o software Origin Pro, com base nos dados obtidos pela técnica. A Figura 4.7(b) apresenta o difratograma após a linha de base normalizada para melhor observação dos picos de interesse.

As fibras de ubim apresentam comportamento semicristalino, o qual se destaca os planos (101), (200) e (004) de acordo com a ficha cristalográfica da celulose I β (REIS *et al.*, 2019). O plano (101) está associado aos constituintes amorfos da fibra, enquanto o plano (002) caracteriza a parte cristalina presente na fibra. Através do método proposto

por Segal *et al.* (1959), o I_c foi determinado pela eq. 3.12 considerando as intensidades dos picos apresentados aos planos (101) e (002), que ocorrem em $2\theta = 17,4^\circ$ e $25,6^\circ$ respectivamente. As fibras apresentam um índice de cristalinidade de 83%. Esses resultados são consistentes com outros valores observados em estudos anteriores envolvendo diversas fibras naturais lignocelulósicas, como descrito em pesquisas realizadas por Satyanarayana, Arizaga e Wypych (2009), Demosthenes *et al.* (2020) e Reis *et al.* (2019). Apesar da fibra de ubim possuir um IC de 83%, foi evidenciado no ensaio de extrativos um valor pobre em celulose (16%), o que não condiz com o alto valor do I_c da fibra. Provavelmente, a presença de sílica no material pode ter influenciado no índice de cristalinidade da fibra de ubim, incorporando a cristalinidade da sílica à celulose da fibra. Essa explicação poderia justificar o I_c notavelmente alto. A confirmação dessa hipótese poderia ser obtida por meio de um ensaio de *Energy Dispersion Spectroscopy* (EDS), no qual não foi possível no presente trabalho.

Para o cálculo do AMF das fibras de ubim, foram utilizados os dados do difratograma da Figura 4.7(b), referente ao plano (002), correspondente ao pico de maior intensidade, muito característico da fase cristalina (celulose). Por esse fator, é utilizado como referência para determinação do AMF (SEGAL *et al.*, 1959; DONALDSON, 2008). As curvas deconvoluídas foram construídas através do software Origin Pro. A Figura 4.8 apresenta o gráfico que relaciona o pico (002) ajustado por uma curva gaussiana e suas derivadas de primeira e segunda ordem.

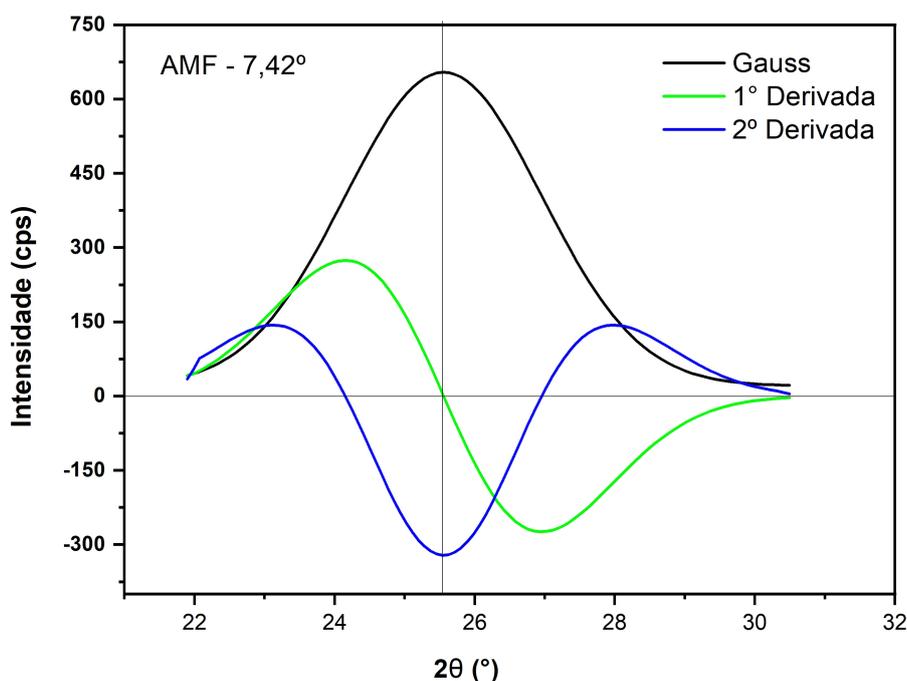


Figura 4.8 – Deconvolução para o cálculo do ângulo microfibrilar da fibra de ubim.

O ângulo microfibrilar obtido para as fibras de ubim foi de $7,42^\circ$, o qual é semelhante a valores observados em outras fibras naturais lignocelulósicas, como guaruman, rami e cânhamo (SATYANARAYANA; GUIMARÃES; WYPYCH, 2007; REIS *et al.*, 2019). A Tabela 4.9 apresenta o valor de AMF de algumas fibras naturais conhecidas.

Tabela 4.9 – AMF de diferentes FNLs.

Fibra Natural	AMF ($^\circ$)
Linho	5-10
Rami	7,50
Cânhamo	7,50
Guarumã	7,80
Juta	8,00
Sisal	20-25
Coco	30-45
Banana	11-12

Fonte: Adaptada de Gurunathan, Mohanty e Nayak (2015), Satyanarayana, Guimarães e Wypych (2007), Reis *et al.* (2019).

4.1.8 Tração das Fibras

Foram obtidos resultados para o ensaio de tração nas fibras de ubim para os 6 intervalos de diâmetro. A Figura 4.9 mostra as curvas tensão (MPa) versus deformação (mm/mm) típicas obtidas para uma das amostras de cada intervalo de diâmetro.

Os ensaios de tração foram realizados nas fibras de ubim e os resultados correspondentes estão apresentados na Tabela 4.10. Os ensaios foram relacionados para os 6 intervalos de diâmetros propostos. Para cada intervalo, são apresentados o valor médio de tensão máxima obtida, o desvio padrão, os parâmetros de β , R^2 e tensão máxima característica (θ).

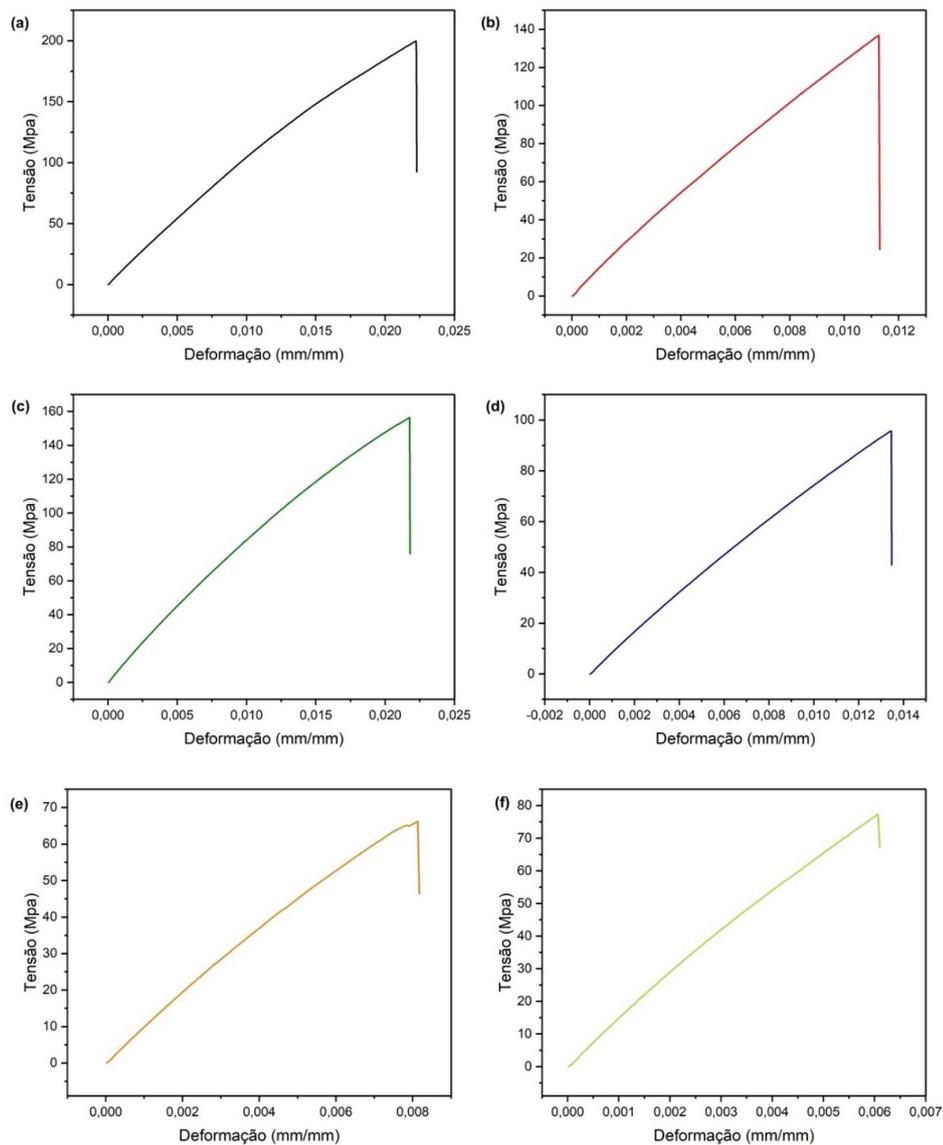


Figura 4.9 – Curvas típicas tensão-deformação para as fibras de ubim. (a) Intervalo 1, (b) Intervalo 2, (c) Intervalo 3, (d) Intervalo 4, (e) Intervalo 5 e (f) Intervalo 6.

Tabela 4.10 – Resultados do ensaio de tração das fibras de ubim por intervalo de diâmetro e parâmetros de Weibull.

Intervalo de diâmetro (μm)	σ_{max} (MPa)	Desv. Padrão	β	θ	R^2
120,48 - 200,48	188,993	72,204	2,193	217,652	0,99
200,48 - 280,48	132,724	46,768	2,629	150,803	0,96
280,48 - 360,48	132,224	16,655	7,175	140,503	0,95
360,48 - 440,48	74,430	27,106	2,428	74,481	0,99
440,48 - 520,48	89,881	38,937	1,786	89,942	0,98
520,48 - 600,48	57,483	21,599	2,140	59,476	0,99
Média	112,62	37,21			

A tensão média em tração máxima para as fibras de ubim foi calculada em 112,62

$\pm 37,21$ Mpa, considerando o intervalo de diâmetro médio das fibras (120,48 a 600,48 mm). Ao analisar os dados da Tabela 4.10, observa-se que os resultados referentes ao parâmetro θ , avaliados pela estatística de Weibull, são muito próximos aos valores de max obtidos nos ensaios. Além disso, os valores de R^2 estão próximos de 1, indicando a confiabilidade estatística dos resultados.

Através do ensaio de tração das fibras, além da média da tensão máxima em tração, foram obtidos o módulo de elasticidade e o alongamento para cada faixa de diâmetro analisada. A Figura 4.10 apresenta um gráfico das propriedades mecânicas, que podem ser avaliadas a seguir.

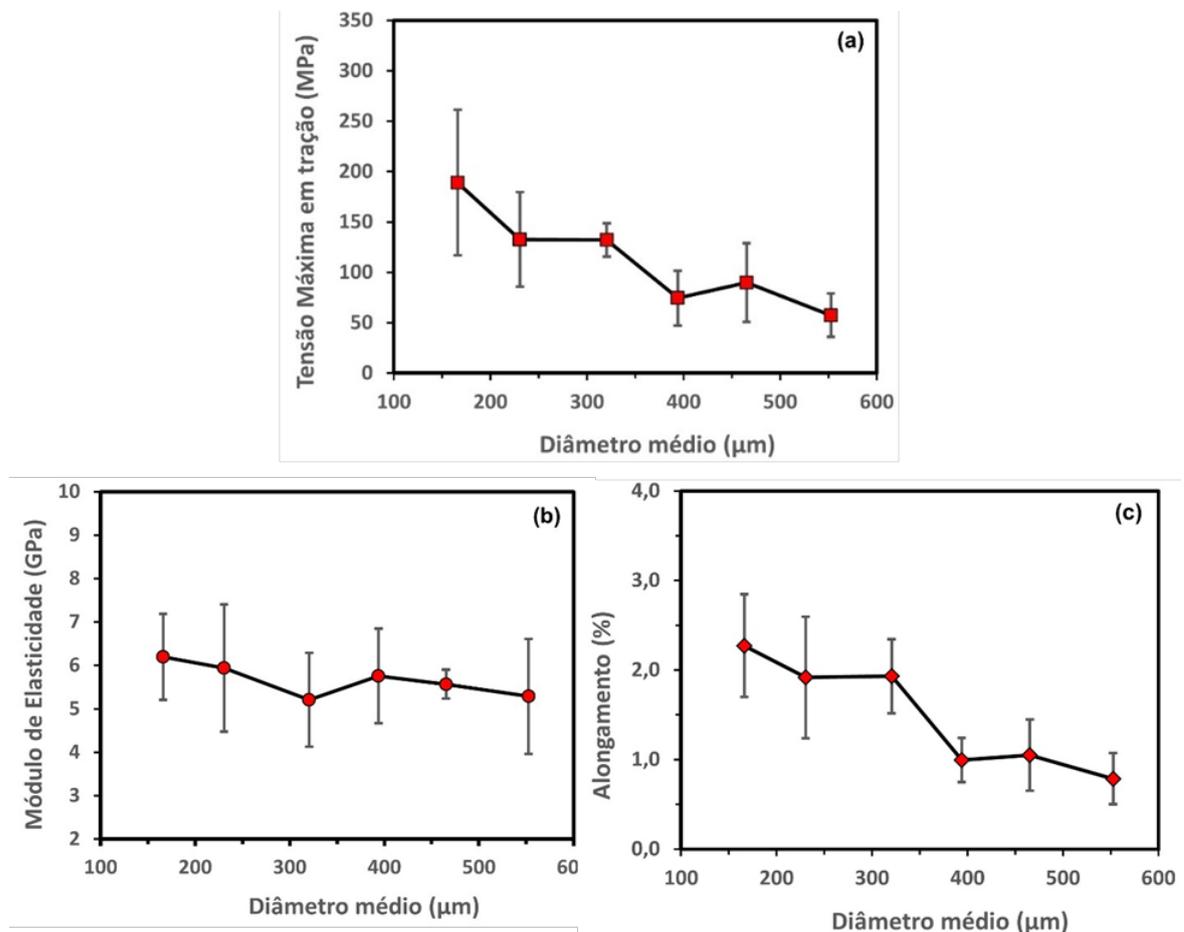


Figura 4.10 – Propriedades mecânicas em função do diâmetro médio das fibras de ubim. (a) Resistência à tração, (b) Módulo de elasticidade e (c) Alongamento.

Os valores observados para a resistência à tração, representados na Figura 4.10(a), juntamente com o módulo de elasticidade, mostrado na Figura 4.10(b), apresentam uma tendência de queda à medida que o diâmetro médio das fibras aumenta. Esse comportamento é consistente com o estudo de Satyanarayana *et al.* (2011), que sugere que esse fenômeno pode ser explicado pelo aumento de defeitos internos proporcional ao crescimento do diâmetro da fibra. O alongamento máximo percentual (Figura 4.10c), apresentado pelas

fibras de ubim variou de 0,82 – 2,3% e também diminuiu com o aumento do diâmetro médio.

Outro ponto observado é que o comportamento da resistência média em tração seguiu o mesmo padrão que a densidade das fibras. A tensão máxima aumentou à medida que se reduziu o diâmetro das fibras. Com o objetivo de avaliar se houve influência do diâmetro médio das fibras na resistência média à tração, e considerando a possibilidade de os valores de desvio padrão comprometerem o grau de certeza, foi realizada uma análise de variância (ANOVA) nos dados, onde os resultados obtidos estão descritos na Tabela 4.11.

Tabela 4.11 – ANOVA da resistência à tração para os diferentes intervalos de diâmetros das fibras.

Causas de variação	GL	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F _{calculado}	F _{crítico}
Tratamentos	5	58184,58	11636,92	5,37	2,62
Resíduo	24	51976,98	2165,71		
Total	29	110161,56			

Com base nos valores obtidos na ANOVA apresentados na Tabela 18, rejeita-se a hipótese de que as médias são iguais com nível de significância de 5%, uma vez que o valor de F_{calculado} (5,37) é maior que F_{crítico} (2,62). Portanto, podemos concluir que a variação do diâmetro médio das fibras de ubim tem influência sobre a resistência média à tração, apresentando resultados diferentes para cada intervalo de diâmetro.

A Tabela 4.12 reúne os valores médios das principais propriedades mecânicas de algumas fibras naturais estudadas na literatura e servem de comparação com as obtidas para as fibras de ubim.

Tabela 4.12 – Propriedades Mecânicas de fibras naturais.

Fibra	Tensão máxima (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Alongamento (%)	Referência
Ubim	112,62	5,66	1,49	PT*
Acácia tortilis	71,63	4,21	1,33	Dawit, Regassa e Lemu (2020)
Cana de açúcar	169,51 ± 18,65	5,18 ± 0,63	6,25 ± 0,01	Hossain <i>et al.</i> (2014)
Kenaf	280 ± 90	22 ± 6	1,29 ± 0,20	Yusoff, Takagi e Nakagaito (2016)
Sisal	324–329	19,0	2–2,5	Satyanarayana, Guimarães e Wypych (2007)
Coco	175,0	6,0	15–25	Gurunathan, Mohanty e Nayak (2015)
Piassava	134,58–142,9	1,07–4,59	6,4–21,9	Satyanarayana, Guimarães e Wypych (2007)
Juta	187–773	20–55	1,5–3,1	Gurunathan, Mohanty e Nayak (2015)

As FNLs são muito diversificadas, com propriedades únicas. Essa característica peculiar dificulta a comparação direta de suas propriedades. Porém, os valores médios de propriedades observados para diferentes tipos de FNLs disponíveis na literatura podem fornecer uma ideia geral das propriedades típicas de cada fibra e ajudar na seleção adequada para diferentes aplicações. Ao se analisar a Tabela 4.12, é possível observar que as propriedades mecânicas da fibra de ubim apresentam um valor médio em relação as fibras listadas. A tensão máxima em tração e módulo de elasticidade não estão entre os mais altos. No entanto, para aplicações em materiais compósitos que requerem baixa massa específica e resistência média, a fibra de ubim parece ter boa indicação.

4.1.9 Ensaio de Escorregamento das Fibras (PULLOUT)

Os ensaios de pullout foram realizados para avaliar as características relativas à interação interfacial entre a fibra e a matriz, como a tensão máxima em pullout, comprimento crítico e força interfacial. O método utilizado foi baseado no trabalho de Kelly e Tyson (1965) e adaptado por Monteiro e d’Almeida (2006). A Figura 4.11 apresenta a curva obtidas através dos ensaios, considerando diferentes comprimentos de embutimento da fibra na matriz de epóxi pura.

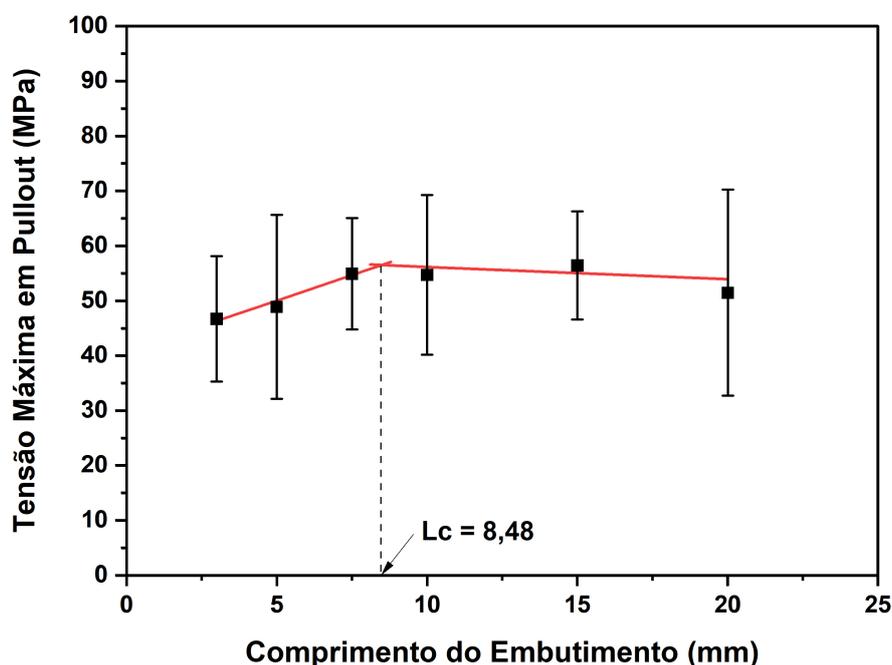


Figura 4.11 – Curva de pullout para o compósito epóxi-fibras de ubim.

O modelo proposto por Kelly e Tyson (1965), propõe a construção de duas retas que se interceptam no limite crítico de escorregamento da fibra em relação à matriz epóxi. As retas foram construídas por meio de ajuste linear entre os valores de tensão máxima em pullout observados no intervalo de embutimento de 3,0 a 7,5 mm, representado pela reta crescente, e os valores de tensão máxima em pullout entre os intervalos de 7,5 a 20 mm, representada pela reta de menor inclinação no gráfico. Essas retas se interceptam no limite crítico de escorregamento (L_c), aproximadamente em 58 MPa. É importante observar o aumento linear da resistência à tração com o comprimento de embutimento da fibra na matriz. A ruptura ocorre quando essa tensão atinge a tensão limite máxima da fibra (máxima em pullout) (LUZ *et al.*, 2018b). O comprimento de embutimento, ou comprimento crítico (l_c), é conhecido como o comprimento embutido no qual a fibra falha. Para comprimentos de embutimento inferiores ao L_c , ocorre o sacamento completo da fibra na matriz. Já para valores de embutimento superiores ao L_c , ocorre a ruptura da fibra

sem o desacoplamento da interface fibra/matriz. Assim, o valor de L_c define se a fibra é longa o suficiente para atuar como reforço ou é apenas uma carga no compósito, ou seja, se a fibra tem comprimento suficiente para suportar as cargas da transferência efetiva de tensão da matriz para a fibra (LUZ *et al.*, 2018b).

Os ajustes lineares aplicados para as tensões de pullout das fibras de ubim são representados pelas Eqs. 4.1 e 4.2. correspondendo a curva de maior inclinação e menor inclinação respectivamente.

$$\sigma = 1,852L + 40,798 \quad (4.1)$$

$$\sigma = -0,225L + 58,420 \quad (4.2)$$

A interseção das Eqs 4.1 e 4.2 definiu um $l_c = 8,48$ mm. A partir do valor de l_c , foi calculado valor da tensão cisalhante interfacial da fibra/matriz (τ_i) utilizando a eq. 3.16. Foram utilizados como parâmetros o valor do diâmetro médio das fibras de 0,2778 mm, a tensão média de 58 MPa e L_c de 8,48 mm. O valor obtido para a tensão cisalhante interfacial da fibra de ubim foi de $\tau_i = 0,95$ MPa.

A Tabela 4.13 apresenta um estudo comparativo deste valor de resistência interfacial da fibra de ubim em relação a outras FNLs utilizando matriz epóxi.

Tabela 4.13 – Comparativo da tensão cisalhante interfacial para diferentes FNLs disponíveis na literatura

Fibra	Matriz	Tensão Interfacial (MPa)	Referências
Ubim	Epóxi	0,95	PT*
Cipó Titica	Epóxi	0,97	Cunha <i>et al.</i> (2021)
Junco Sete Ilhas	Epóxi	1,01	Neuba <i>et al.</i> (2022)
Coco	Epóxi	1,42	Luz <i>et al.</i> (2018b)
Tucum	Epóxi	2,73	Oliveira <i>et al.</i> (2020)
Carnaúba	Epóxi	3,95	Junio <i>et al.</i> (2020)

O valor obtido para a fibra de ubim τ_i é muito próximo a interação epóxi-fibra da cipó-titica ($\tau_i = 0,97$ MPa) e junco ($\tau_i = 1,01$ MPa) apresentados na Tabela 20. Entretanto, é considerado relativamente baixo se comparado às fibras de coco, tucum e carnaúba. Esse fato pode estar relacionado à natureza hidrofílica das fibras de ubim ou à presença de uma camada de cera na superfície da fibra, o que pode comprometer a adesão à matriz. Além disso, é importante destacar que a fibra de ubim apresentou um alto teor de extrativos em sua composição (31%), o que reforça a discussão e pode justificar o resultado da baixa adesão observada. No entanto, é possível contornar esse problema de baixa adesão por meio de tratamentos superficiais. Esses tratamentos têm a capacidade de limpar a superfície da

fibra e alterar sua composição, resultando em uma maior rugosidade e, conseqüentemente, melhorando a força de interação interfacial entre a fibra e a matriz epóxi (MELO *et al.*, 2012). Porém, nesse trabalho não foi realizado nenhum tipo de tratamento, os quais poderão ser realizados em algum trabalho futuro.

4.1.10 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As FNLs possuem características únicas que as distinguem umas das outras, as quais podem ser melhor compreendidas ao analisarmos suas características microscópicas e morfológicas. Nesse sentido, as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura ajudam a visualizar algumas características da fibra de ubim. A Figura 4.12 apresenta os resultados obtidos relacionadas às superfícies das fibras.

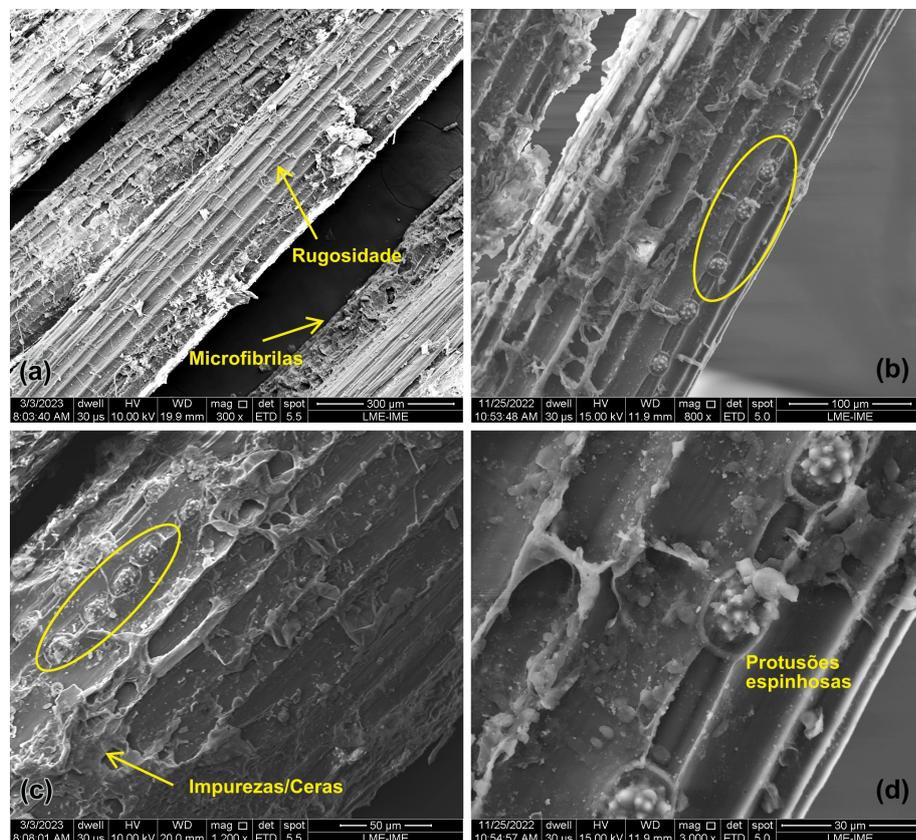


Figura 4.12 – Micrografias da superfície das fibras. (a) 300x; (b) 800x; (c) 1200x; e (d) 3000x.

A Figura 4.12 apresenta a morfologia das fibras de ubim em diferentes ampliações. A fibra possui uma superfície naturalmente áspera, com sulcos longitudinais, impurezas e protusões espinhosas ao longo de seu comprimento (círculos amarelos), que podem ser melhor visualizadas na Figura 4.12(d). Filho *et al.* (2020b) em seus estudos sobre a fibra de piaçava, também encontrou essas protusões, muito semelhantes às encontradas na fibra de ubim. O autor indica que essas protusões podem ser interessantes para adicionar

uma adesão extra entre a fibra e a matriz devido à ancoragem mecânica Filho *et al.* (2020b). Em outros estudos, a autora (LUZ; MONTEIRO; TOMMASINI, 2018) relata em suas pesquisas sobre fibra de coco algumas saliências também muito parecidas com as encontradas na micrografia da fibra de ubim. Entretanto, relaciona essas protusões a uma baixa adesão interfacial epóxi/fibra. Os autores Prasad, Pavithran e Rohatgi (1983) descrevem que a remoção dessas partículas por meio de tratamentos superficiais promove uma superfície mais rugosa. A rugosidade também desempenha um papel importante no aumento do intertravamento mecânico entre as fibras e a matriz (RAMESH, 2016). No caso da fibra de ubim, é provável que essas protusões também estejam relacionadas à baixa adesão interfacial, conforme observado no ensaio de pullout. Ambos autores relatam a presença de sílica nas protusões presentes nas amostras que investigaram. Provavelmente esse é mais um indício que a fibra de ubim também pode conter sílica, o que explicaria os resultados já comentados no ensaio de DRX, como IC alto e teor de celulose baixo, sendo incompatível ao IC encontrado. Porém, para uma conclusão mais assertiva, é necessário realizar o EDS, ensaio que não foi realizado nesse estudo. A imagem também mostra muitas impurezas superficiais aderidas às fibras, outro indício que pode justificar a baixa adesão interfacial fibra/matriz devido à sua extensa área de contato (ASIM *et al.*, 2016; ZIN *et al.*, 2018). Provavelmente, essas impurezas estão relacionadas ao teor de ceras presentes nas superfícies das FNLs, encontradas nos extrativos e até mesmo em resíduos provenientes dos processos de beneficiamento e manuseio (IOZZI *et al.*, 2010). Na Figura 4.13, é possível visualizar a seção transversal da fibra de ubim.

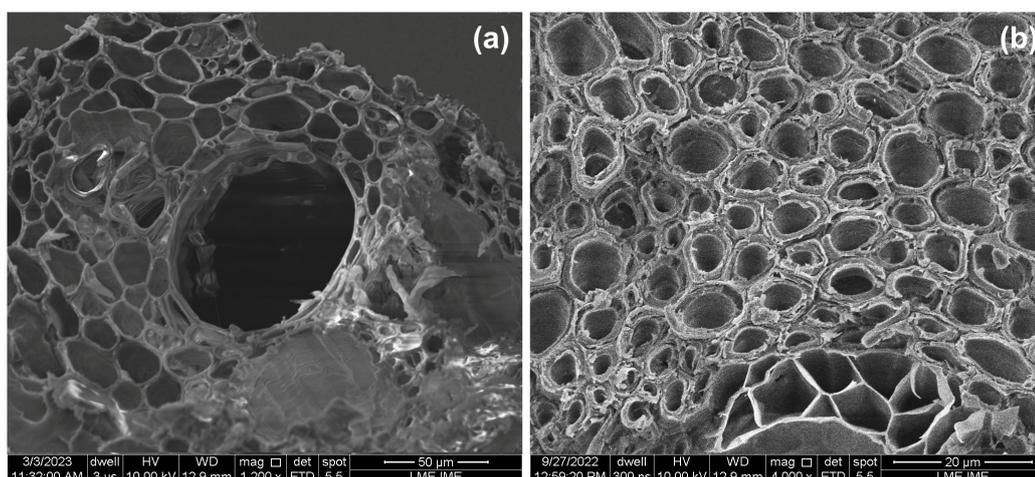


Figura 4.13 – Micrografias da seção transversal das fibras de ubim. (a) 1200x e (b) 4000x.

As micrografias revelam a presença de diversos canais na seção transversal da fibra. Esses canais desempenham um papel importante na transferência de nutrientes ao longo da estrutura da fibra. O lúmen, caracterizado pelo orifício maior localizado no centro, pode ser facilmente identificado nas imagens (DEMOSTHENES *et al.*, 2020). Os canais de menor dimensão estão associados às microfibrilas, que se unem umas às

outras por meio de lamelas intermediárias constituídas de hemicelulose e lignina. Eles são responsáveis por conferir resistência mecânica à fibra e estão diretamente relacionados ao ângulo microfibrilar apresentado pelos materiais (DONALDSON, 2008).

Os aspectos morfológicos observados nas Figuras 4.12 e 4.13 são consistentes com estudos realizados em diversas FNLs, como sisal, bambu, fibra de coco, piaçava e curauá. Uma das características comuns entre essas fibras é principalmente à similaridade na geometria de suas seções transversais (MONTEIRO *et al.*, 2009; MONTEIRO *et al.*, 2011).

4.2 Caracterização dos Compósitos

4.2.1 Caracterização por FTIR

Os compósitos com fibras de ubim e a resina DGEBA-TETA foram submetidos à análise por FTIR. Os espectros obtidos estão representados na Figura 4.14.

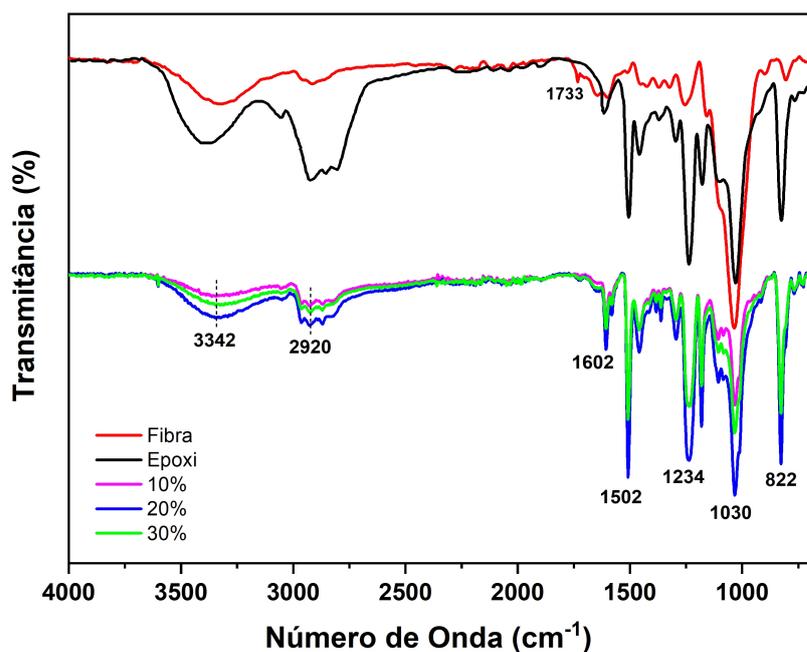


Figura 4.14 – Espectros de FTIR gerados para a resina epóxi DGEBA-TETA; compósitos epóxi/fibras de ubim em contraste ao da fibra isolada

Os espectros evidenciaram a presença de bandas características correspondentes à resina epóxi DGEBA/TETA simples, que predominam nos compósitos analisados. Essas bandas e suas atribuições estão apresentadas na Tabela 4.14.

Tabela 4.14 – Bandas de adsorção de FTIR para a resina epóxi DGEBA-TETA.

Número de Onda (cm^{-1})	Atribuição da banda
3400	Estiramento da ligação O-H
3055	Estiramento da ligação C-H do anel Oxirano
2965-2873	Estiramento C-H de CH_2 e CH aromático e alifático
1610	Estiramento da ligação C=C de aromáticos
1509	Estiramento da ligação C-C de aromáticos
1241	Estiramento da ligação C-O do anel aromático
1035	Estiramento C-O-C de éteres
830	Estiramento da ligação C-O-C do grupo Oxirano

Fonte: Belhadj *et al.* (2022), González, Cabanelas e Baselga (2012).

As bandas listadas na Tabela 4.14, correspondentes à resina epóxi, podem ser observadas na curva da Figura 4.14. A faixa de absorção entre $3400\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$ está associada ao estiramento da ligação O-H e ligação de hidrogênio dos grupos hidroxila (BEHERA *et al.*, 2023). Um pico menos intenso referente à banda 3055 cm^{-1} corresponde ao estiramento C-H do anel Oxirano. Na faixa de adsorção entre $2965 - 2873\text{ cm}^{-1}$, é possível identificar o estiramento das ligações C-H de grupos CH_2 e C-H presentes nas cadeias aromáticas e alifáticas (SILVA *et al.*, 2020; GONZÁLEZ; CABANELAS; BASELGA; 2012). O pico menos intenso observado em 1610 cm^{-1} e o subsequente em 1509 cm^{-1} são atribuídos ao estiramento C=C e C-C de aromáticos, respectivamente (SILVA *et al.*, 2020; IBRAHEEM *et al.*, 2016). Já a banda de absorção centrada em 1241 cm^{-1} está associada ao modo vibracional de carbonos aromáticos (C-O) do grupo epóxi (JIANG *et al.*, 2015). Por fim, o estiramento COC dos éteres e do grupo oxirano foram observados em 1035 cm^{-1} e 830 cm^{-1} , respectivamente (ŞENGÜL; TÜZÜN, 2023).

Ao se fazer o comparativo dos espectros da resina epóxi e dos compósitos, é possível observar de maneira geral que os espectros exibiram bandas de adsorção bastante similares. Ao comparar os espectros dos compósitos com a fibra de ubim, quatro bandas características da fibra (Figura 4.4), como 3341 , 2915 , 1600 e 1037 cm^{-1} , também são observadas nos espectros dos compósitos na Figura 4.14, com diferença mínima na intensidade. Isso é um indicativo que há interação entre os grupos moleculares do epóxi e da fibra (NEVES *et al.*, 2020).

Ainda sobre os espectros da Figura 4.14, foi observado um pico na região próxima a 1733 cm^{-1} , atribuída ao estiramento das ligações C=O (ABRAHAM *et al.*, 2011; JUNIO *et al.*, 2020; REIS *et al.*, 2019). Essa banda é visível no espectro da fibra e dos compósitos, porém não aparece na resina. Isso pode ser justificado pelo fato dessa banda estar relacionada a constituintes específicos da fibra natural, neste caso, associada à presença de ligação C=O, que é um grupo característico de lignina e hemicelulose (BELOUADAH; ATI; ROKBI, 2015; ABRAHAM *et al.*, 2011).

Para melhor visualização dessa região, é exibida a Figura 4.15, a qual destaca esta banda 1733 cm^{-1} nos espectros da resina, fibra e compósitos.

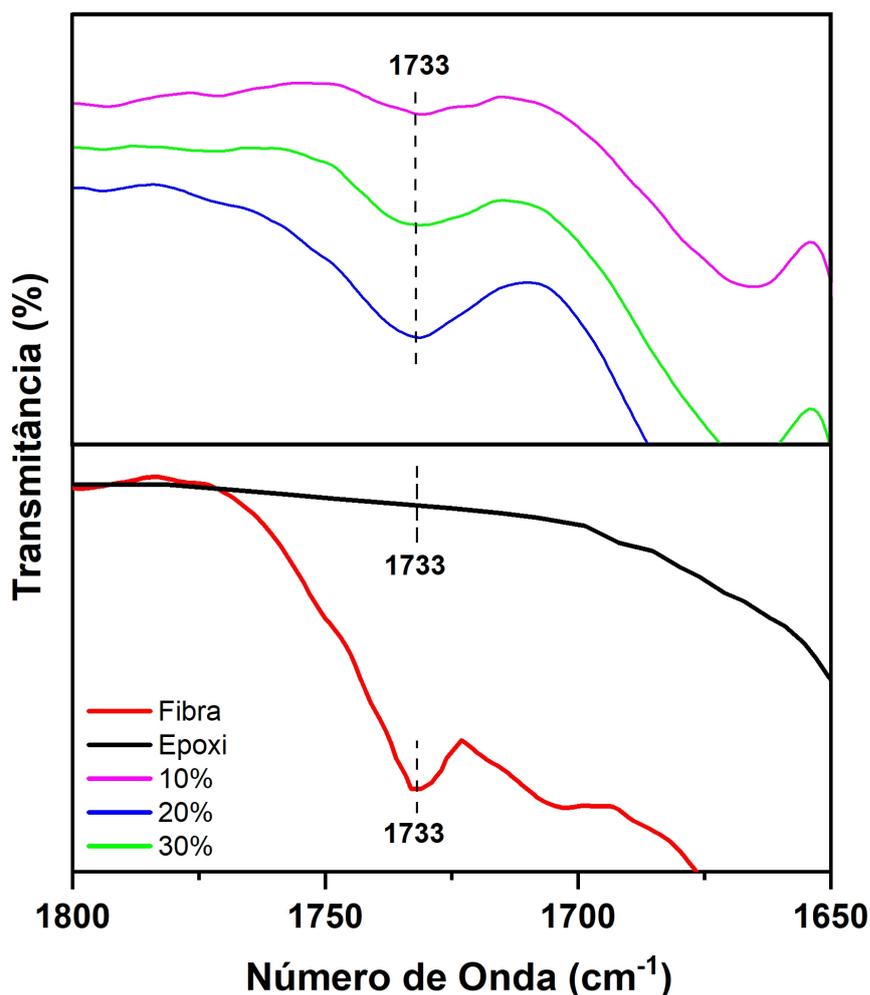


Figura 4.15 – Banda de absorção em 1733 cm^{-1} para resina epóxi, fibra de ubim e compósitos nas frações de 10, 20 e 30% em fibras.

Apesar de existirem bandas de adsorção distintas nos espectros da resina epóxi e da fibra de ubim, os picos mais intensos são referentes às bandas de adsorção dos constituintes da resina epóxi, o que tende a sobrepor-se às da fibra de ubim na maioria dos casos. Isso significa que a resina epóxi tem maior influência na configuração geral do espectro, tornando-se mais proeminentes em relação às da fibra ubim.

Além disso, ao analisar os espectros dos compósitos formados pela combinação da resina epóxi com a fibra de ubim, não foram observadas diferenças significativas em relação aos picos presentes nos espectros individuais da resina. Isso sugere que a presença da fibra de ubim nos compósitos não exerce um efeito muito pronunciado sobre a resina epóxi. Este comportamento também foi semelhante aos estudos de Cândido (2014) sobre compósitos de matriz epóxi reforçada com fibras de bagaço de cana de açúcar.

4.2.2 Caracterização Térmica

A resina epóxi e os compósitos reforçados com fibras de ubim foram submetidos aos ensaios térmicos de TGA e DSC, com o objetivo de obter informações sobre o comportamento térmico destes materiais. As análises termogravimétricas mostraram o processo de perda de massa em função do aumento da temperatura. A Figura 4.16 mostra as curvas de TGA/DTG para a resina epóxi. Acima de 700°C, a curva TG permaneceu horizontalmente constante, indicando que não houve mais perda de massa.

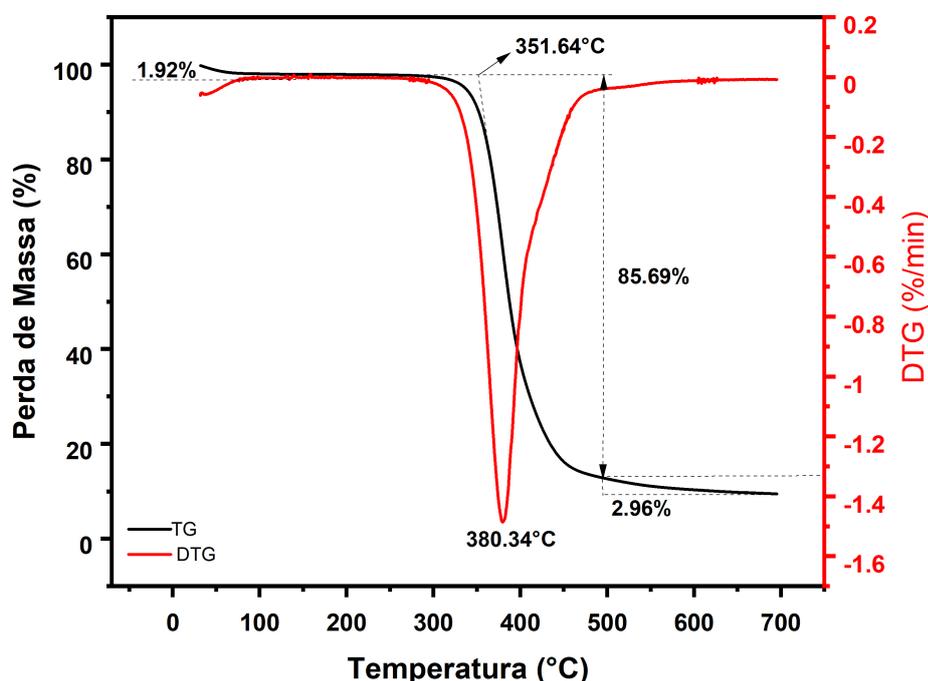


Figura 4.16 – Curva de TGA/DTG para a resina epóxi DGEBA/TETA.

A Figura 4.16 apresenta as curvas TGA e DTG para uma amostra de resina epóxi DGEBA/TETA pura. São identificados três estágios de perda de massa. No primeiro estágio, a curva epóxi permanece termicamente estável até aproximadamente 280°C, com perda de massa de apenas 1,92%, associada à umidade liberada presente na resina polimérica sintética (CHEE; JAWAID; SULTAN, 2017). Em aproximadamente 351°C, um segundo estágio se inicia e se estende até cerca de 495°C. Nessa faixa de temperatura, ocorre a maior perda de massa do material, com taxa de máxima decomposição térmica em 380°C. Esta perda de massa representa cerca de 85,69% da massa da amostra e pode ser associada à subsequente degradação das cadeias poliméricas que compõem a resina (SILVA *et al.*, 2021).

Finalmente, na terceira etapa de degradação, é registrado um teor de perda de massa de 2,96% até 700°C. A perda de massa total da amostra foi de 90,57%. Resultados

muito semelhantes foram encontrados por Junio *et al.* (2020) e corroboram com os eventos relatados no presente trabalho. A Figura 4.17 mostra as curvas de TGA/DTG para os compósitos e epóxi em comparação com as demais.

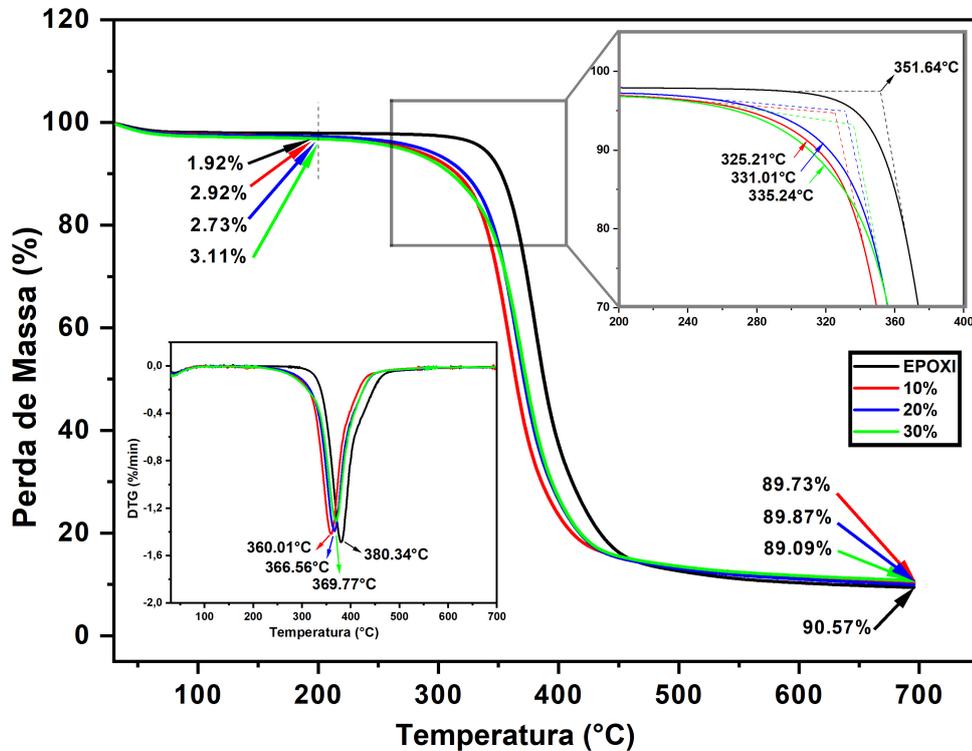


Figura 4.17 – Curvas TGA/DTG para os compósitos de 0 - 30% v/v.

Os eventos térmicos destacados pela Figura 4.16 e 4.17 podem ser melhor compreendidos através da Tabela 4.15.

Tabela 4.15 – Curvas TGA/DTG para os compósitos de 0 - 30% v/v.

Amostras	Perda de massa após 200°C (%)	T. início de degradação (°C)	T. Máxima taxa de degradação (°C)	Perda de massa após segundo estágio (%)	Perda de massa até 700°C (%)
Epóxi	1,92	351,64	380,34	87,61	90,57
10%	2,92	325,21	360,01	85,44	89,73
20%	2,73	331,01	366,56	85,34	89,87
30%	3,11	335,24	369,77	84,95	89,09

Através dos resultados apresentados na Figura 4.17 e Tabela 4.15, observa-se que os compósitos apresentaram melhor estabilidade térmica quando comparados a fibra de ubim isolada (Figura 4.5). O início da degradação dos compósitos ocorreu em temperaturas mais altas (325,21°C) em comparação à fibra (259,33°C), chegando a 335,24°C no compósito com 30% v/v. Além disso, nota-se um deslocamento do pico de máxima decomposição da

celulose para a direita à medida que o volume de fibras aumenta, passando de 360,01°C (10%) para 369,77°C (30%). Esse fato pode estar associado a diversos fatores, dentre eles pode-se destacar a estabilidade do compósito em relação às fibras ou em relação à resina (NASCIMENTO *et al.*, 2019). Geralmente, a temperatura de início de decomposição de compósitos reforçados com fibras naturais é em torno de 200°C (MONTEIRO *et al.*, 2012; NASCIMENTO *et al.*, 2019; DEMOSTHENES *et al.*, 2020).

Esses estudos corroboram com os valores apresentados no presente trabalho, uma vez que os compósitos de fibra de ubim apresentaram valores de início de degradação ligeiramente superiores aos trabalhos citados. Esse fato é de grande importância para aplicações que exigem temperaturas de trabalho mais elevadas, pois indica a capacidade dos compósitos de suportarem temperaturas mais altas antes de iniciarem a decomposição.

A Figura 4.18 apresenta o comportamento térmico através da curva de DSC gerada para resina DGEBA/TETA.

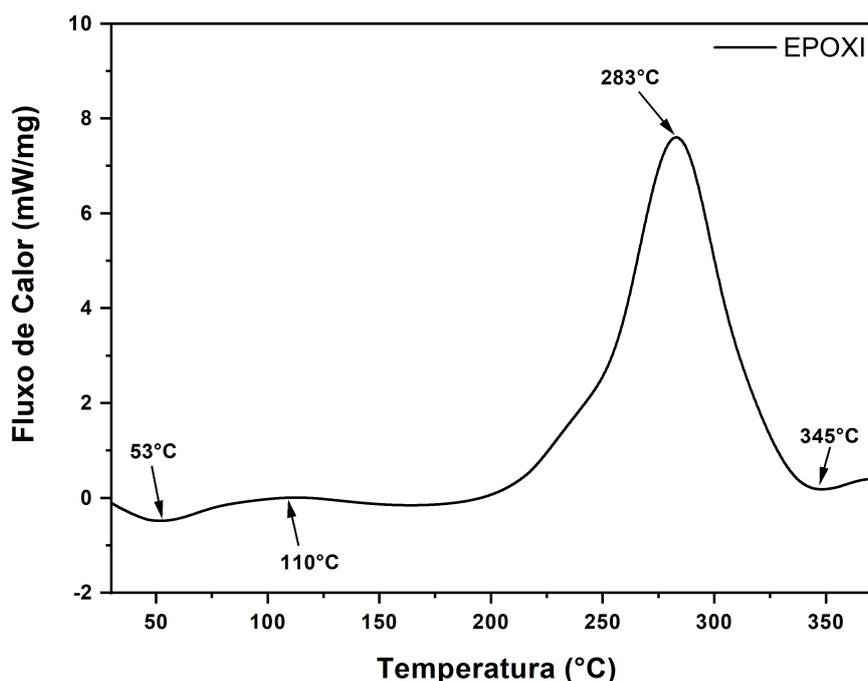


Figura 4.18 – Curva de DSC para a resina epóxi DGEBA/TETA.

Ao avaliar a Figura 4.18, observa-se um pico endotérmico inicial localizado em 53°C, indicando a temperatura de transição vítrea (T_g) da resina epóxi (NAVEEN *et al.*, 2019). A T_g está relacionada à transição do estado vítreo para o estado em que as cadeias poliméricas apresentam maior mobilidade (CANEVAROLO, 2019). Um pequeno pico exotérmico em torno de 110 °C provavelmente corresponde à reação de cura do epóxi (NAVEEN *et al.*, 2019). Esse comportamento também foi relatado por outros autores ao

estudar a cinética de cura de compósitos de epóxi e fibras naturais (NASCIMENTO *et al.*, 2019; JUNIO *et al.*, 2020). Outro evento exotérmico ocorre a 283°C, e pode ser atribuído a ligações cruzadas, como homopolimerização e esterificação de grupos epóxi (CUNHA *et al.*, 2021).

Um último pico endotérmico aparece em 345°C, e pode ser associado ao comportamento representado pela curva de TG da resina epóxi (Figura 4.18), onde por volta dessa faixa de temperatura se observou uma maior perda de massa do polímero, provavelmente associada à degradação e ruptura das cadeias poliméricas da resina epóxi (SILVA *et al.*, 2021; CUNHA *et al.*, 2021).

Os compósitos reforçados com 10 - 30% v/v de fibras de ubim também foram submetidos à análise de DSC. Os dados obtidos estão representados na Figura 4.19.

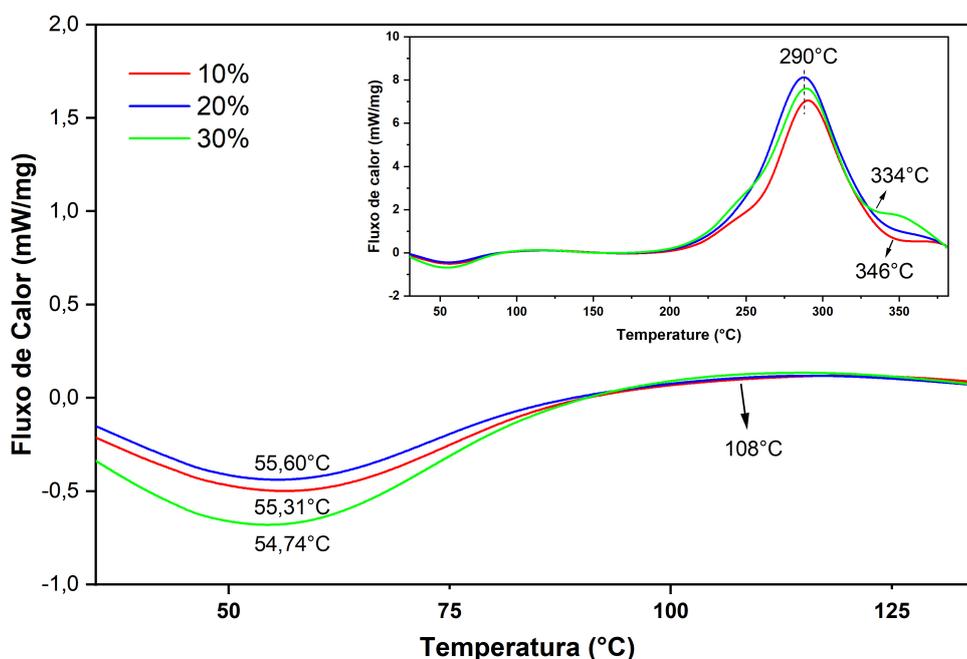


Figura 4.19 – Curva DSC para os compósitos reforçados com 10 - 30% v/v de fibras de ubim.

As curvas DSC apresentadas na Figura 4.19 exibem, em geral, um comportamento bastante similar para todos os teores de fibras (10-30%). Os picos endotérmicos dos compósitos tiveram um leve deslocamento em relação ao pico do epóxi puro, em torno de 55 °C, com o aumento da fração volumétrica de fibra na matriz epóxi. Esses picos provavelmente estão relacionados tanto com a liberação de umidade presente na fibra de ubim quanto com a Tg da resina epóxi, o que pode explicar o aumento da temperatura desses picos endotérmicos com o aumento no teor de fibras (MONTEIRO *et al.*, 2012; NASCIMENTO *et al.*, 2019; JUNIO *et al.*, 2020). Outro fator é que a incorporação de fibras na matriz epóxi interfere no movimento das cadeias de macromoléculas na matriz

polimérica. Neste caso, o efeito de reforço das fibras de ubim restringe o movimento da cadeia de macromoléculas no epóxi, e assim aumenta a Tg do compósito (OLIVEIRA *et al.*, 2020).

Próximo a 108°C, observa-se o início do processo de cura da resina (CUNHA *et al.*, 2021). Já em torno de 290°C, ocorre um pico exotérmico presente tanto na resina quanto nos compósitos, e pode ser atribuído à reação de homopolimerização dos grupos de epóxi da resina. Além disso, nessa temperatura também ocorre a máxima temperatura de decomposição das hemiceluloses. Por fim, é possível observar um último evento em temperaturas acima de 334°C, relacionado à liberação de substâncias voláteis decorrentes da decomposição da celulose e degradação das cadeias poliméricas da matriz epóxi. Esse evento também é confirmado pelos dados obtidos na análise termogravimétrica (DTG) dos compósitos e está de acordo com os dados obtidos no DSC.

4.2.3 Análise Dinâmico Mecânica

Foram realizadas análises dinâmico-mecânicas na resina epóxi e nos compósitos com 20 e 30% de volume de fibras de ubim. Em cada uma dessas condições, foram avaliadas as curvas de módulo de armazenamento (E'), módulo de perda (E'') e tangente delta ($\text{Tan } \delta$). Os resultados obtidos estão registrados na Tabela 4.16 e ilustrados nas Figuras 4.20 a 4.22.

Tabela 4.16 – Parâmetros obtidos pela análise dinâmico-mecânica (DMA).

Amostras	E'		E''		$\text{Tan } \delta$	
	$E' 25^\circ\text{C}$ (MPa)	Tg (°C)	Pico de Perda (MPa)	Tg (°C)	Pico Tan δ (°C)	Tg (°C)
Epóxi	2830	69,24	375	73,05	1,49	84,75
20%	2805	76,19	365	80,32	0,81	90,12
30%	2435	72,21	273	75,26	0,84	83,38

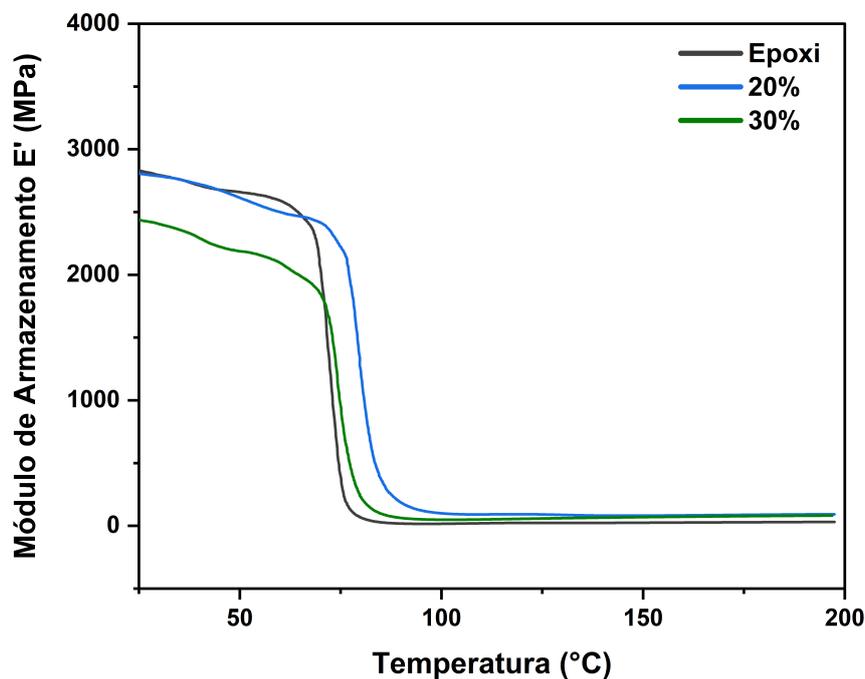


Figura 4.20 – Curvas do módulo de armazenamento para resina epóxi, e amostras de 20 e 30 % v/v de fibras de ubim

Ao analisar a Figura 4.20, é possível observar que o aumento da temperatura provocou uma queda no módulo de armazenamento em todas as composições, com uma mudança acentuada na região em torno de 65°C e 100°C para os compósitos com 20 e 30%, e em torno de 55°C e 90°C para a resina epóxi. Essa região a queda de E' é definida como a região de transição vítrea (T_g) do compósito, indicando um aumento na mobilidade molecular da cadeia principal do polímero (LUZ; MONTEIRO; TOMMASINI, 2018). Abaixo da região de transição vítrea, o movimento da cadeia polimérica é restrito devido à baixa mobilidade do arranjo das moléculas congeladas e compactadas. Assim, E' tem um valor alto no estado vítreo. À medida que a temperatura aumenta, o arranjo das moléculas compactadas entra em colapso, resultando em uma maior mobilidade molecular na cadeia polimérica e um aumento no volume livre dos componentes. Isso leva a uma diminuição do módulo de armazenamento, movendo-o para a região borrachuda do material (SILVA *et al.*, 2022). Estudos recentes (JUNIO *et al.*, 2020; SILVA *et al.*, 2022; FILHO *et al.*, 2020b) realizados em compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras naturais revelaram características semelhantes nas curvas do módulo de armazenamento (E').

Ainda pode-se notar que a 25°C, os valores iniciais do módulo de armazenamento do compósito com 30% são menores em comparação à resina epóxi e a amostra com 20% de fibra, que possuem valores quase semelhantes nessa faixa de temperatura. Uma possível explicação para esses resultados pode estar relacionada a diferentes fatores, dentre eles

a utilização de lotes diferentes de resina na montagem dos compósitos. Além disso, a incorporação de fibras com algum teor de umidade nos compósitos também pode prejudicar a interação efetiva entre as fibras e a matriz, resultando em uma redução na capacidade do material de suportar cargas mecânicas com deformação recuperável. Isso ocorre devido ao enfraquecimento das ligações entre as fibras e a matriz, o que resulta em uma menor rigidez influenciando suas propriedades mecânicas (MONTEIRO *et al.*, 2013; MOHANTY; VERMA; NAYAK, 2006). Assim, é possível que esses fatores tenham contribuído para o fato observado nos compósitos analisados.

A Figura 4.21 mostra as curvas E'' versus temperatura para epóxi puro e compósitos reforçados com fibra de ubim.

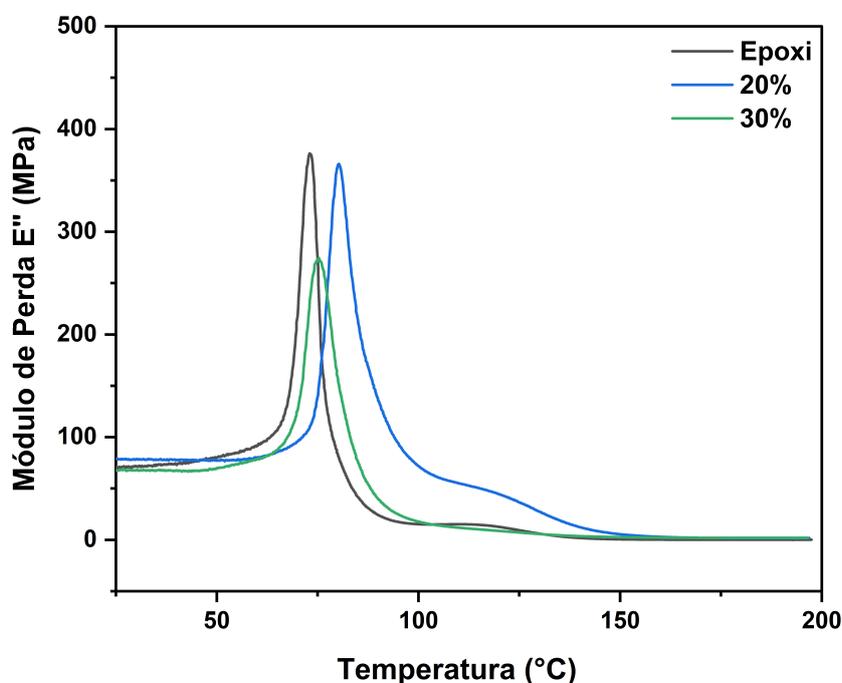


Figura 4.21 – Curvas do módulo de perda para resina epóxi, e amostras de 20 e 30 % v/v de fibras de ubim.

O módulo de perda (E'') está associado ao comportamento viscoso de um material, representando a energia a energia liberada em termos de calor durante um ciclo de tensão oscilante (SILVA *et al.*, 2022).

Os resultados mostram que, inicialmente, o módulo de perda das amostras permanece praticamente constante em todas as amostras até por volta de 60°C. No entanto, à medida que a temperatura aumenta, o material começa a apresentar comportamento viscoso, o módulo de perda atinge o ponto mais alto do pico, relacionado a T_g do material. Esse aumento indica uma maior dissipação de energia pelo material (MOHANTY; VERMA;

NAYAK, 2006). Após atingir esse ponto, as moléculas poliméricas passam para um estado relaxado e reduzem seu atrito interno. Essa redução no atrito causa uma queda no módulo de perda (SILVA *et al.*, 2022).

Os resultados para os compósitos sugerem maior mobilidade e conseqüentemente menor interação com as cadeias poliméricas, o que tende a diminuir a rigidez do compósito (LUZ; MONTEIRO; TOMMASINI, 2018). A amostra com 30% apresentou um pico de E (273 MPa), significativamente menor em comparação a resina epóxi (375 MPa), não havendo melhora das propriedades dinâmico-mecânicas em comparação a resina. Seria razoável se o compósito contendo uma maior proporção de fibras tivesse um desempenho pelo menos similar ao da resina epóxi pura. No entanto, o compósito não apresentou esse comportamento. Isso pode ser atribuído aos fatores mencionados anteriormente, que podem ter impactado negativamente na capacidade de dissipação de energia.

As curvas da componente $\text{Tan } \delta$ para a resina epóxi e os compósitos com frações de 20 e 30% em volume de fibras estão representadas na Figura 4.22.

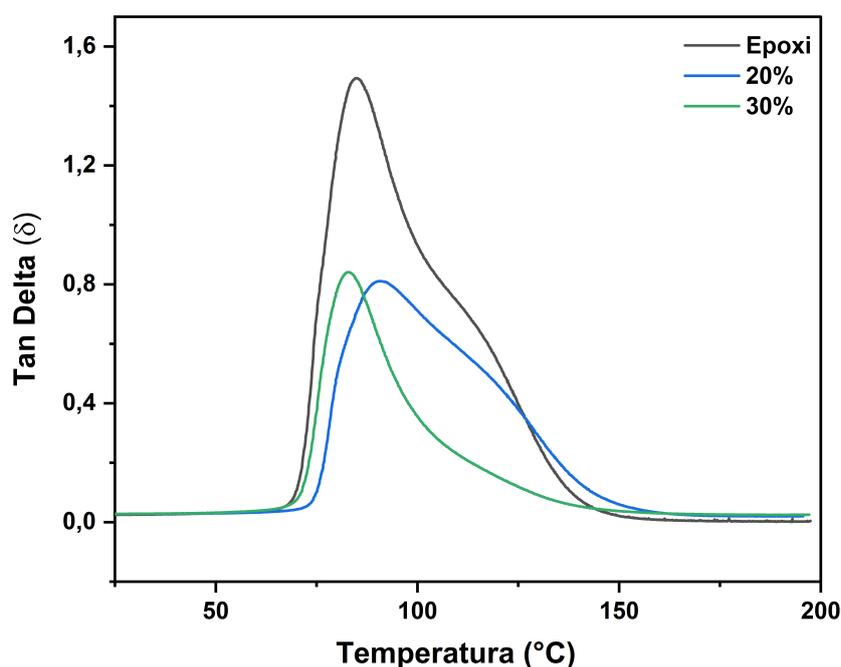


Figura 4.22 – Curvas da $\text{Tan } \delta$ para resina epóxi, e amostras de 20 e 30 % v/v de fibras de ubim.

A curva de $\text{Tan } \delta$, também conhecida com razão de perda ou fator de amortecimento, é obtida a partir da relação entre o módulo de perda e o módulo de armazenamento (E/E) (SILVA *et al.*, 2022).

A temperatura de transição vítrea (T_g) dos compósitos poliméricos pode ser

determinada a partir do pico da curva de E ou de Tan δ (NAVEEN *et al.*, 2019). Porém, de acordo com a metodologia proposta pela ASTM E1640 (ASTM, 2018b), muitos estudos utilizam a determinação da temperatura de transição vítrea através da temperatura relacionada ao maior pico evidenciado na curva Tan δ . Nesta pesquisa, foram obtidos os seguintes resultados de Tg a partir da Tan δ : Epóxi puro (84,75°C), 20% (90,12°C) e para 30% (83,38°C). Os resultados completos estão apresentados na Tabela 4.16.

4.2.4 Ensaio de Impacto Izod

O ensaio foi realizado em amostras compósitas nas frações volumétricas de 10%, 20% e 30% de fibras de ubim, e na resina epóxi DGEBA/TETA pura. Os resultados obtidos estão apresentados em na Tabela 4.17, que apresenta os valores médios de energia de impacto para cada uma das frações volumétricas.

Tabela 4.17 – Energia média absorvida e desvio padrão, obtidos através do ensaio Izod.

Amostras	Energia Média Absorvida (J/m)
Epóxi	14,92 \pm 1,50
10%	21,86 \pm 4,65
20%	69,17 \pm 10,87
30%	88,34 \pm 14,66

A fim de facilitar a compreensão dos dados apresentados na Tabela 4.17, uma curva foi traçada para representar o comportamento da energia média absorvida em relação à fração de fibras presente nos compósitos. Essa curva pode ser visualizada na Figura 4.23.

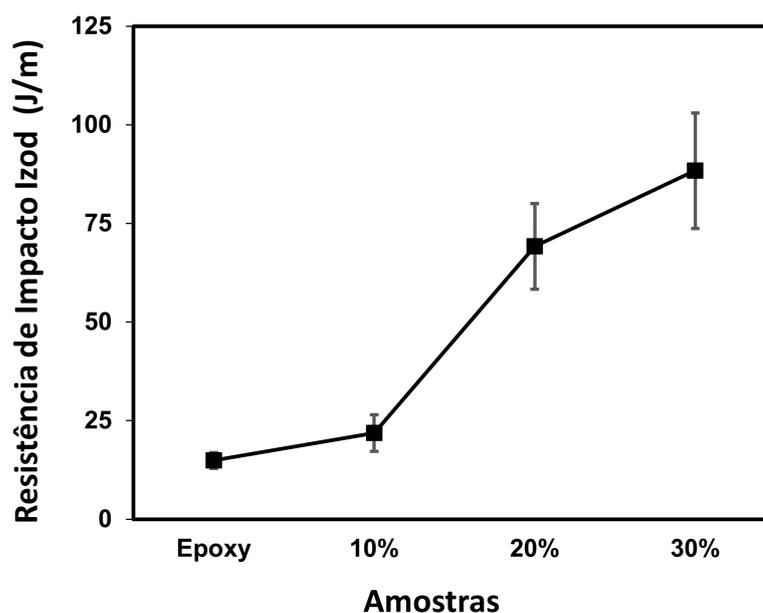


Figura 4.23 – Energia de impacto Izod em função das frações volumétricas de fibras de ubim.

Ao se analisar os dados apresentados na Tabela 4.17, observa-se um aumento na energia absorvida em relação à fração de fibras nos compósitos. A resistência ao impacto aumentou de 21,86 (10%) para 88,34 J/m (30%). Também é observado o aumento no desvio padrão em relação aos valores apresentados por cada fração, o que pode ser explicado pela alta heterogeneidade e variabilidade das propriedades das FNLs. A tendência é que com o aumento da concentração de fibras, também haja um acréscimo na dispersão dos resultados justamente por essa característica das FNLs (BLEDZKI; GASSAN, 1999; KALIA; KAITH; KAUR, 2011). O comportamento da energia média absorvida pela fração de fibras pode ser melhor observado na curva da Figura 4.23, onde é bem visível a evolução de energia de impacto Izod. Segundo Costa *et al.* (2020), essa evolução está possivelmente relacionada à transição dos mecanismos de fratura, que passam de um comportamento totalmente frágil, pela resina epóxi, para uma transição dúctil-frágil nos percentuais de 10 a 30% de fibra. Ademais, as fibras são um meio de interrupção ou desvio na direção de propagação das trincas, e o aumento na concentração de fibras resulta em um aumento da energia de impacto no sistema.

A Figura 4.24 apresenta as amostras compósitas com fibras de ubim com ruptura completa após o ensaio de impacto Izod.

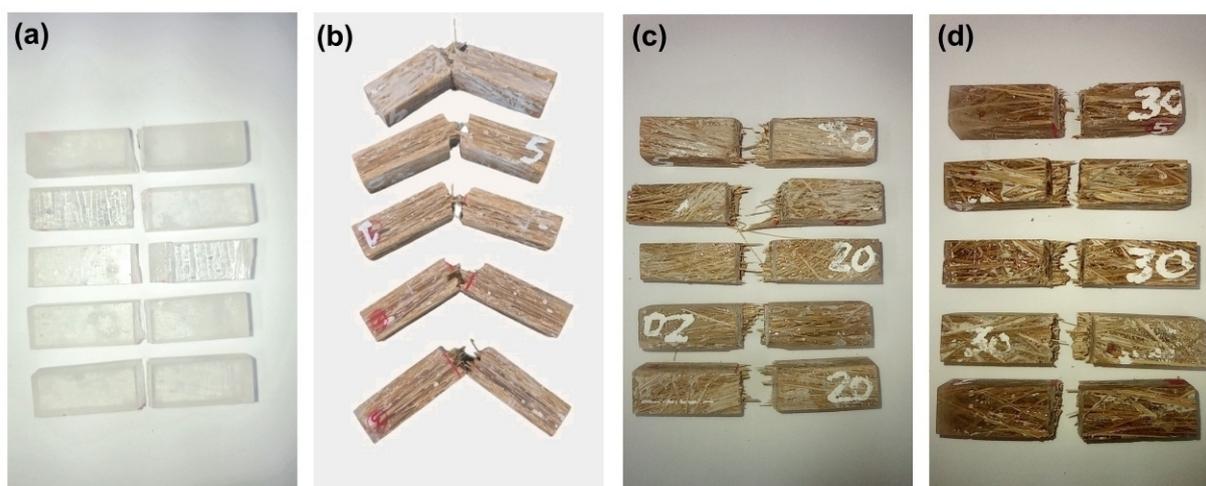


Figura 4.24 – Corpos de prova rompidos após ensaio de impacto Izod. (a) 0%, (b) 10%, (c) 20%, (d) 30%.

A análise visual dos corpos de prova após o rompimento indica que a resina epóxi pura apresenta aspecto de uma fratura frágil, com uma superfície lisa e espelhada. Já nos compósitos, é possível observar uma maior irregularidade na superfície de fratura, o que sugere que parte da carga aplicada é transferida para as fibras.

Para verificar se há diferença significativa entre os resultados de energia de impacto Izod apresentados pelos compósitos, foi realizada uma análise de variância (ANOVA) nos resultados. Os dados obtidos estão dispostos na Tabela 4.18.

Tabela 4.18 – ANOVA da energia de impacto Izod dos compósitos reforçados com 0, 10, 20 e 30% de volume de fibras de ubim.

Causas de variação	GL	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F _{calculado}	F _{crítico}
Tratamentos	3	19255,62	6418,54	71,96	3,24
Resíduo	16	1427,17	89,20		
Total	19	20682,79			

Com base nos resultados da análise de variância mostrados na Tabela 4.18, pode-se concluir que a hipótese de igualdade entre as médias deve ser rejeitada com um nível de significância de 5%. Isso ocorre porque o valor de $F_{\text{calculado}} = 71,96$ é maior do que o valor de $F_{\text{crítico}} = 3,24$. Portanto, é possível afirmar que a fração volumétrica de fibras nos compósitos tem um efeito significativo na energia de impacto Izod.

Além disso, foi realizado o teste de Tukey para comparação de médias com um nível de confiança de 95%, a fim de identificar qual grupo apresentou os melhores resultados em termos de energia de impacto Izod. Os resultados da análise estão apresentados na Tabela 4.19, onde são exibidos os valores médios para as amostras. Destacam-se em negrito os valores que são superiores a diferença média significativa (d.m.s.) encontrada de 17,11.

Tabela 4.19 – Comparação entre médias (d.m.s) obtidas entre os valores médios de energia de impacto Izod, para os compósitos de 0 a 30% de fibras de ubim.

Amostras	Epóxi	10%	20%	30%
Epóxi	0	6,94	54,25	73,41
10%	6,94	0	47,31	66,47
20%	54,25	47,31	0	19,17
30%	73,41	66,47	19,17	0

Os resultados apresentados na Tabela 4.19 mostram, com o nível de confiança de 95%, que o compósito reforçado com 30% de fibra de ubim demonstrou um melhor desempenho, exibindo maior valor de energia absorvida (88,3 J/m) do que as demais frações volumétricas. Além disso, esse compósito apresentou diferença significativa dos demais percentuais de fibras analisados, visto que as diferenças obtidas são superiores ao d.m.s (17,11). Comportamentos semelhantes também foram encontrados em estudos anteriores (SOUZA *et al.*, 2022; RIBEIRO *et al.*, 2021; COSTA *et al.*, 2020; NEUBA *et al.*, 2020). É relevante destacar que não se observada uma diferença significativa nos valores médios de energia de impacto Izod entre o compósito de 10% de fibra de ubim e a resina epóxi. Isso porque a diferença entre as médias não ultrapassa o valor do d.m.s. calculado.

Para melhor compreender a evolução dos mecanismos atuantes nas amostras ensaiadas, a Figura 4.25 apresenta as superfícies de fratura da resina e dos compósitos com fibras de ubim rompidos após o ensaio de impacto Izod.

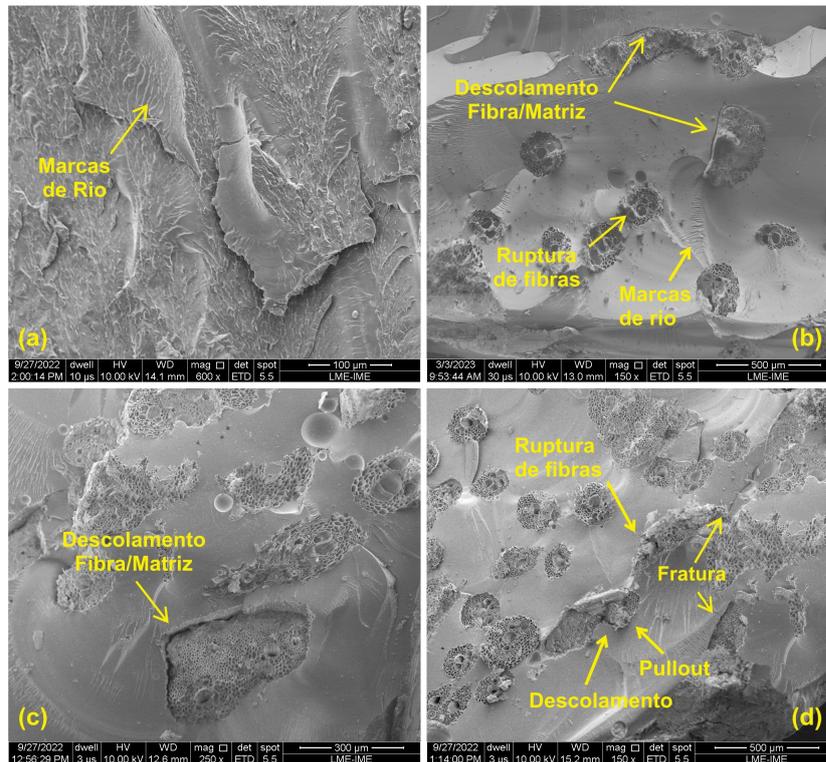


Figura 4.25 – Superfície de fratura das amostras após o ensaio de impacto Izod. (a) 0%, (b) 10%, (c) 20%, (d) 30%.

Ao analisar a Figura 4.25, é possível observar vários mecanismos de fratura. A Figura 4.25(a), revela o mecanismo de fratura frágil, evidenciado pelas "marcas de rio" presentes na superfície de impacto da amostra. Esse mesmo fenômeno é também observado nos compósitos com 10% de fibras, como mostrado na Figura 4.25(b). Além disso, no compósito com 10%, é possível observar outros mecanismos de fratura, como fibras rompidas e descoladas da matriz por delaminação, indicando um baixo reforço efetivo por parte dessa fração (COSTA *et al.*, 2020).

Para os compósitos com 20% de volume de fibras, Figura 4.25(c), observa-se uma maior participação das fibras no mecanismo de fratura, evidenciada pelo descolamento mais acentuado das fibras da matriz por delaminação. Esse comportamento pode estar relacionado a uma maior absorção de energia de impacto constatada no ensaio.

Nos compósitos com 30%, Figura 4.25(d), além dos mecanismos de fratura mencionados anteriormente, como deslocamento interfacial com a matriz e ruptura de fibras, também é observada a presença de trincas e arrancamento por pullout. Esses mecanismos de falha podem estar relacionados novamente a uma maior absorção de energia de impacto apresentada por essas frações. A presença de um maior percentual de fibras, combinada com a atuação desses mecanismos de falha, resultou em uma maior absorção de energia de impacto em comparação com as outras condições de reforço. Esses resultados são consistentes com observações de outros autores que conduziram testes de impacto Izod

em compósitos de fibras naturais (COSTA *et al.*, 2020; DAYO *et al.*, 2018; SARIKAYA; ÇALLIOĞLU; DEMIREL, 2019).

4.2.5 Ensaio de Tração dos Compósitos

Os ensaios de tração foram realizados em compósitos contendo fibras de ubim, com frações de fibras variando de 0% a 30% v/v. Os valores médios das propriedades mecânicas dos compósitos são apresentados na Tabela 4.20.

Tabela 4.20 – Propriedades mecânicas após o ensaio de tração de compósitos com fibras de ubim e resina epóxi.

Amostra	Resistência a Tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Deformação Máxima (%)
Resina Epóxi	28,68 ± 6,14	1,68 ± 0,12	1,71 ± 0,34
10%	17,95 ± 4,21	4,31 ± 0,95	0,43 ± 0,17
20%	18,57 ± 7,44	4,59 ± 0,69	0,42 ± 0,18
30%	39,61 ± 8,84	5,43 ± 0,89	0,75 ± 0,22

É apresentado na Figura 4.26 as curvas típicas de tensão (MPa) versus deformação (mm/mm) para uma das amostras de cada grupo.

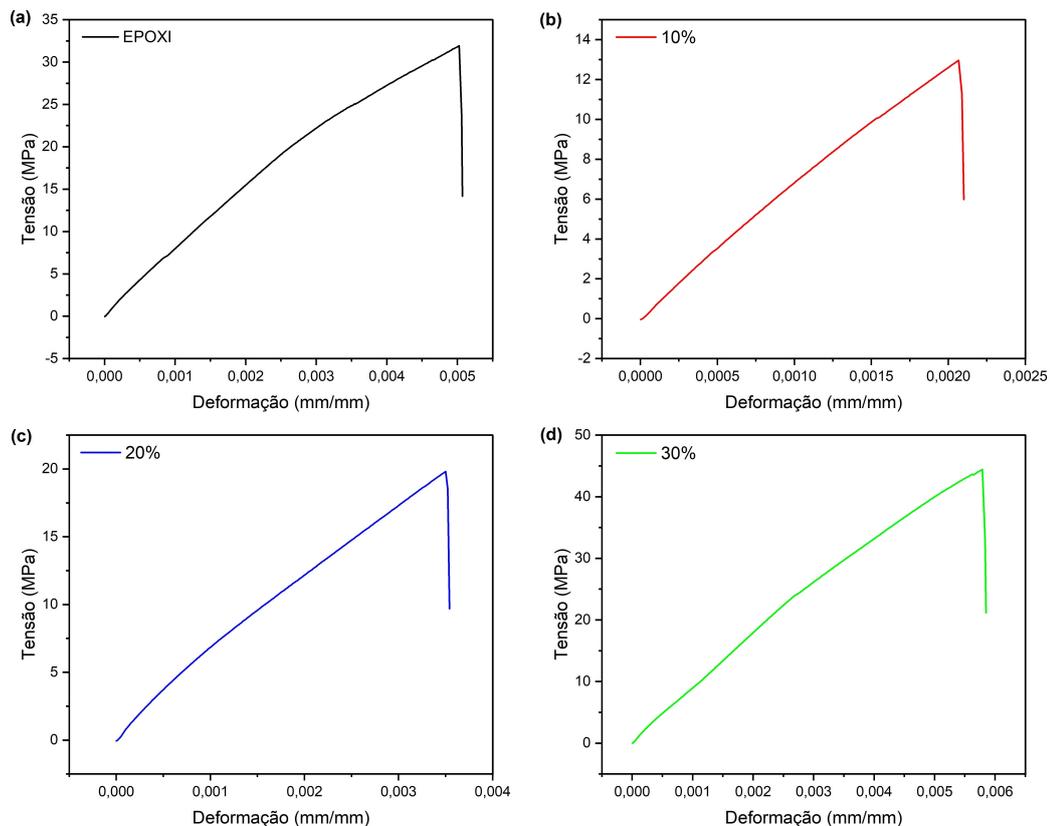


Figura 4.26 – Curvas típicas obtidas no ensaio de tração para os compósitos reforçados com ubim.

Com o objetivo de facilitar a compreensão dos dados apresentados na Tabela 4.20, os resultados de resistência à tração, módulo de elasticidade e deformação máxima atingida

pelos compósitos foram representados graficamente na Figura 4.27. Essa abordagem visual proporciona uma melhor visualização e análise das variações dessas propriedades em relação às diferentes frações de fibras utilizadas nos compósitos.

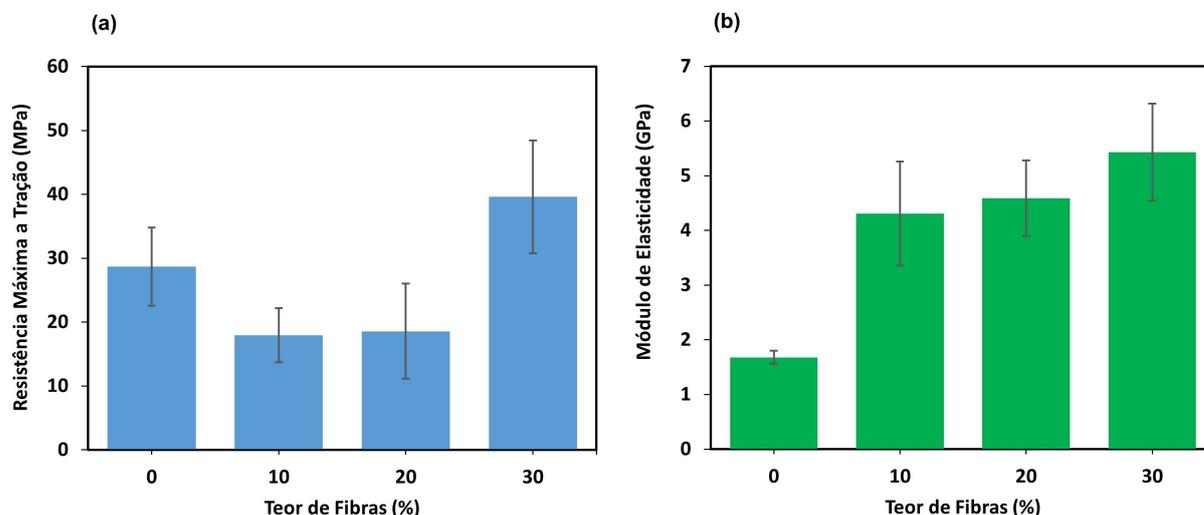


Figura 4.27 – Propriedades mecânicas em função do teor de fibras de ubim presentes nos compósitos. (a) Resistência à tração (MPa); (b) Módulo de elasticidade (GPa).

Ao analisar os dados apresentados na Tabela 4.20 em conjunto a Figura 4.27, nota-se que a resina epóxi pura, exibiu uma resistência à tração de 28,68 MPa. Esse valor é similar a outros estudos realizados sobre os efeitos das propriedades mecânicas de compósitos reforçados com fibras naturais em uma matriz epóxi (JUNIO *et al.*, 2020; NEUBA *et al.*, 2020).

Os valores de resistência à tração nos compósitos de 10 e 20% v/v de fibra não apresentaram diferença significativa entre eles, apesar de um discreto aumento em seus valores de resistência mecânica com a adição do teor de fibras. Esses compósitos mostraram resultados pobres em suas propriedades de tração e, além disso, ficaram abaixo do valor de resistência da resina epóxi pura. Isso indica que as fibras não atuaram como reforço quando as cargas de tração foram aplicadas. Provavelmente, as fibras atuaram como defeitos na estrutura dos compósitos, prejudicando as propriedades da interface fibra-matriz. O mesmo problema foi observado por Neuba *et al.* (2020) em seus estudos com a fibra junco sete ilhas. A baixa resistência na interface do material resulta em uma maior superfície de fratura e pode apresentar melhores resistências ao impacto (BRAGA *et al.*, 2017; NEUBA *et al.*, 2020). Realmente, houve um aumento na propriedade de absorção de energia no ensaio de impacto izod com o aumento do teor de fibras de ubim.

Já o compósito de 30%v/v apresentou resistência a tração superior a todas as amostras, evidenciando uma tendência de aumento de resistência à tração com o aumento da fração volumétrica de fibras. Outro fator observado na Tabela 4.20, é uma tendência de

aumento do módulo de elasticidade dos compósitos com o aumento da fração volumétrica de fibras, principalmente quando comparado à resina pura. O compósito com 30% em volume de fibras de ubim apresentou uma rigidez quase quatro vezes maior do que da resina epóxi. Todas as amostras ensaiadas foram rompidas completamente, validando assim o ensaio.

Foi realizada uma análise de variância (ANOVA) para verificar se existem diferenças significativas nos valores de resistência à tração apresentados pelas amostras. Os resultados dessa análise são apresentados na Tabela 4.21.

Tabela 4.21 – ANOVA da resistência à tração das amostras com 0, 10, 20 e 30% de volume de fibras de ubim.

Causas de variação	GL	Soma de Quadrados	Quadrado médio	F _{calculado}	F _{crítico}
Tratamentos	3	2185,81	728,60	15,43	3,01
Resíduo	24	1133,47	47,23		
Total	27	3319,28			

De acordo com os resultados da análise de variância apresentados na Tabela 4.21, rejeita-se a hipótese de equidade entre as médias com um nível de significância de 5%. Isso é indicado pelo valor de FCalculado = 15,43, que é maior que o valor crítico FCritico = 3,01. Os resultados mostram que a fração volumétrica de fibras de ubim presente nos compósitos influencia significativamente a resistência à tração dos compósitos.

Com o objetivo de identificar a fração de fibras com os melhores resultados de resistência à tração, foi realizado o teste Tukey para a comparação entre as médias com um nível de confiança de 95%. Ao aplicar o teste, foi encontrada uma diferença média significativa (d.m.s) de 10,13. A Tabela 4.22 apresenta os dados de comparação entre as médias dos tratamentos.

Tabela 4.22 – Comparação entre médias (d.m.s) obtidas entre os valores médios de resistência à tração, para os compósitos de 0 - 30% v/v de fibras de ubim.

Amostras	Epóxi	10%	20%	30%
Epóxi	0	10,73	10,11	10,93
10%	10,73	0	0,62	21,66
20%	10,11	0,62	0	21,04
30%	10,93	21,66	21,04	0

Com base nos resultados obtidos, foi observado que, com um nível de confiança de 95%, o compósito contendo 30% de volume de fibras de ubim apresentou o melhor desempenho em termos de resistência à tração, com um valor de 39,61 MPa, comparado as demais amostras. Não há diferença significativa nos valores de resistência à tração entre as amostras de 10%, 20% e epóxi puro. Isso significa que a diferença média entre

essas amostras não foi maior do que o valor do d.m.s. calculado. Portanto, em termos de resistência à tração, as amostras de 10%, 20% e epóxi apresentam resultados semelhantes.

Foram realizadas micrografias em microscopia eletrônica de varredura das superfícies fraturadas das amostras compósitas de 10 a 30% v/v. Os resultados obtidos são apresentados na Figura 4.28.

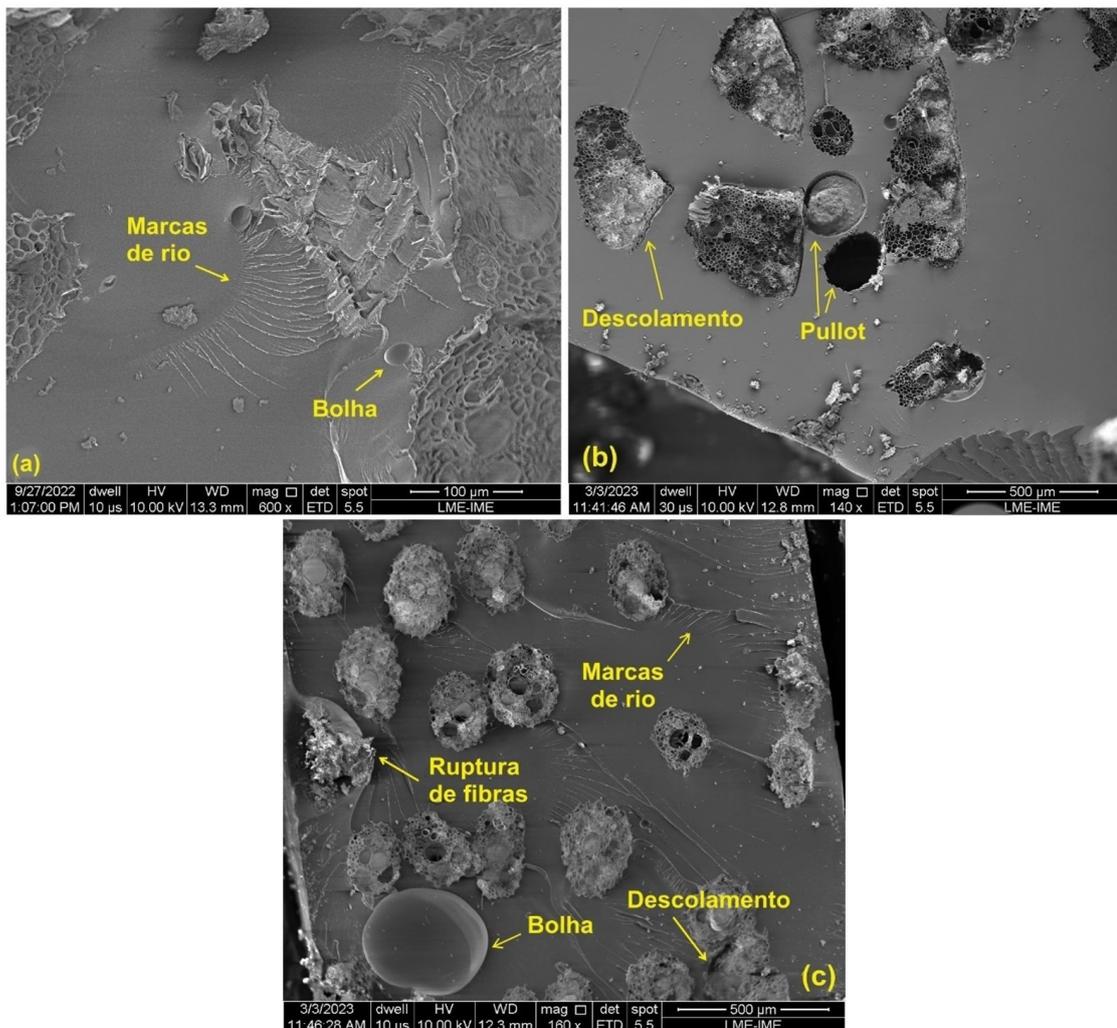


Figura 4.28 – Propriedades mecânicas em função do teor de fibras de ubim presentes nos compósitos. (a) Resistência à tração (MPa); (b) Módulo de elasticidade (GPa).

Na Figura 4.28(a), observa-se que no compósito com 10% em volume de fibras, é evidenciado um aspecto liso, com algumas imperfeições e a presença de "marcas de rio". Essa é uma falha típica de tração que ocorre em fibras naturais/resina polimérica em uma região com maior concentração de resina (HARISH *et al.*, 2009). Na amostra com 20% (Figura 4.28(b)), é possível identificar uma maior atuação das fibras através dos mecanismos de fratura observados, nota-se o aparecimento de descolamento da interface fibra/matriz e pullout, porém ainda associado ao aspecto de fratura frágil. Isso se confirma pela baixa resistência à tração apresentada por estas amostras.

Na Figura 4.28(c), também é identificado mecanismos de fratura mais complexos, como descolamento da interface e o aparecimento de ruptura fibras com mais intensidade. A interação simultânea dos mecanismos de falha resultou em um aumento na resistência mecânica dos compósitos com 30% em volume de fibras quando comparados aos outros compósitos.

4.2.6 Ensaio de Flexão dos Compósitos

A Tabela 4.23 apresenta os resultados do ensaio de flexão em 3 pontos nos compósitos de fibras de ubim de 0% a 30% v/v. Os resultados observados na Tabela 30 indicam, de forma geral, que a resistência à flexão dos compósitos aumentou com a incorporação de fibra de ubim na matriz. Esse comportamento é consistente com outros estudos realizados por diferentes autores que também investigaram compósitos reforçados com fibras naturais (MURALISHWARA *et al.*, 2023; GLÓRIA *et al.*, 2017).

Tabela 4.23 – Propriedades mecânicas para o ensaio de flexão em 3 pontos de compósitos reforçados com fibras de ubim nos percentuais de 0, 10, 20 e 30% v/v.

Amostras	Resistência à Flexão (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Epóxi	50,83 ± 6,19	2,74 ± 0,61
10%	55,73 ± 4,84	4,50 ± 0,88
20%	57,01 ± 1,96	4,65 ± 0,59
30%	63,31 ± 1,82	5,71 ± 0,42

Para uma melhor compreensão dos dados, a Figura 4.29 apresenta graficamente os resultados de resistência à flexão e módulo de elasticidade alcançados pelos compósitos de 0 a 30% v/v de fibras.

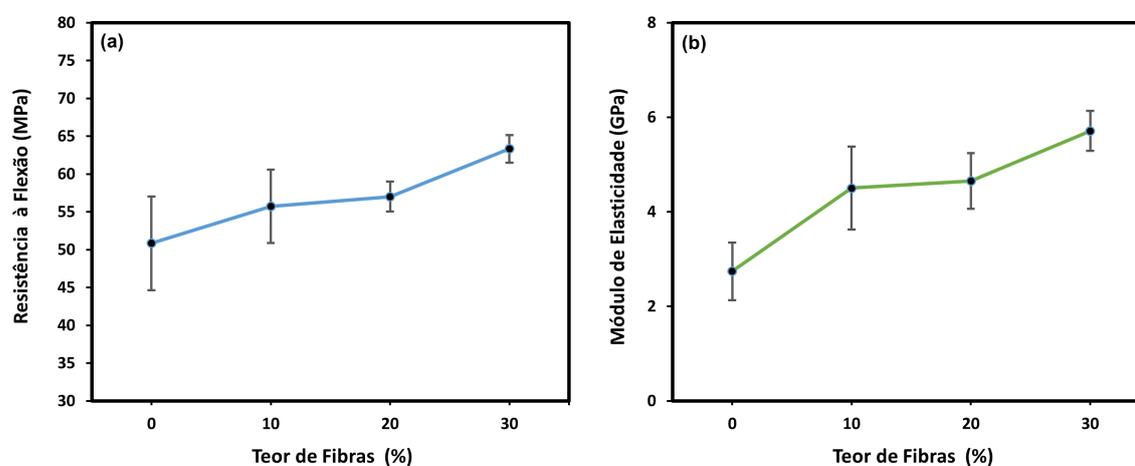


Figura 4.29 – Propriedades mecânicas em função do teor de fibras de ubim presentes nos compósitos. (a) Resistência à Flexão (MPa); (b) Módulo de Elasticidade (GPa).

É possível observar através dos gráficos da Figura 4.29 e dos dados apresentados na Tabela 4.23, um aumento na resistência mecânica e no módulo de elasticidade com o aumento do percentual de fibras incorporado nos compósitos. Isso ocorre porque há maior transmissão de carga da matriz epóxi para o reforço quando mais fibras são adicionadas (NAGARAJAN *et al.*, 2016). O compósito com 30% de fibras de ubim apresentou o maior valor de resistência à flexão, com 63,31 MPa. O módulo de elasticidade dos compósitos nas frações de 10 a 30% variou entre 4,50 a 5,71 GPa, enquanto o da resina epóxi pura foi de 2,74 GPa.

Foi realizada análise de variância (ANOVA) para verificar a ocorrência de diferença significativa nos resultados de resistência à flexão e módulo de elasticidade entre os compósitos epoxídicos reforçados com fibras de ubim. As Tabelas 4.24 e 4.25 mostram os resultados obtidos.

Tabela 4.24 – ANOVA da resistência à flexão das amostras com 0, 10, 20 e 30% de volume de fibras de ubim.

Causas de variação	GL	Soma de Quadrados	Quadrado médio	F _{calculado}	F _{crítico}
Tratamentos	3	553,99	184,66	10,72	3,01
Resíduo	24	413,26	17,22		
Total	27	967,25			

Tabela 4.25 – Propriedades mecânicas para o ensaio de flexão em 3 pontos de compósitos reforçados com fibras de ubim nos percentuais de 0, 10, 20 e 30% v/v.

Causas de variação	GL	Soma de Quadrados	Quadrado médio	F _{calculado}	F _{crítico}
Tratamentos	3	31,90	10,63	25,48	3,01
Resíduo	24	10,02	0,42		
Total	27	41,92			

Com base nos resultados da análise de variância dos testes Tabelas 4.24 e 4.25, foi possível rejeitar a hipótese de igualdade das médias com um nível de significância de 5%. Pela estatística, o valor de F_{calculado} (10,72) para a resistência à flexão, assim como F_{calculado} (25,48) para o módulo de elasticidade são maiores do que os valores críticos ou tabelados F_{crítico} (3,01). Portanto, o teor de fibras de ubim nos compósitos de matriz epóxi mostrou ter efeitos diferentes na resistência à flexão e no módulo de elasticidade. Diante disso, foi utilizado o Teste de Tukey para comparar as médias, com um nível de confiança de 95%, a fim de determinar qual fração volumétrica de fibras de ubim proporcionou os melhores resultados em termos de propriedades mecânicas em flexão. A diferença média significativa (d.m.s) encontrada foi de 6,12 e 0,95, respectivamente para a resistência à flexão e módulo de elasticidade. As Tabelas 4.26 e 4.27 mostram os resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios das propriedades estudadas em cada fração volumétrica de fibras de ubim.

Tabela 4.26 – Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios de resistência à flexão nas frações volumétricas de fibras de ubim de 0 a 30%v/v, após aplicação do teste de Tukey.

Amostras	Epóxi	10%	20%	30%
Epóxi	0	4,90	6,17	12,48
10%	4,90	0	1,27	7,58
20%	6,17	1,27	0	6,30
30%	12,48	7,58	6,30	0

Tabela 4.27 – Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios de módulo de elasticidade nas frações volumétricas de fibras de ubim de 0 a 30%v/v, após aplicação do teste de Tukey.

Amostras	Epóxi	10%	20%	30%
Epóxi	0	1,77	1,91	2,97
10%	1,77	0	0,15	1,21
20%	1,91	0,15	0	1,06
30%	2,97	1,21	1,06	0

Com base nos resultados obtidos, conclui-se que, com um nível de significância de 5%, o compósito reforçado com 30%v/v de fibras de ubim apresentou um desempenho melhor em comparação com as demais frações volumétricas. Esse compósito apresentou valores mais altos tanto para a resistência à flexão (63,31 MPa) quanto para o módulo de elasticidade (5,71 GPa), sendo ambos significativamente diferente dos demais por terem a diferença das médias superiores ao d.m.s. calculado. Esses resultados estão em concordância com outros estudos que também investigaram as propriedades de flexão em compósitos reforçados com fibras naturais (NEVES *et al.*, 2020).

É importante salientar que não há diferença significativa entre os valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade entre os percentuais de reforço de fibra de ubim com 10 e 20%, pois a diferença entre as médias não é superior ao d.m.s. calculado.

Na Tabela 4.28, é possível observar o desempenho do compósito reforçado com fibras de ubim na fração de 30% v/v em termos de resistência à flexão e módulo de elasticidade. Esse desempenho é comparado a outros compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras naturais, também no teor de 30% v/v de fibras.

Tabela 4.28 – Propriedades mecânicas de resistência e módulo de elasticidade em flexão dos compósitos com fibras de ubim e epóxi em comparação a demais disponíveis em literatura em 30% v/v.

Compósitos	Resistência a Flexão (MPa)	E (GPa)	Referência
Ubim/Epóxi	63,31 ± 1,82	5,71 ± 0,42	*PT
Bagaço De Cana/Epóxi	73,5 ± 3,2	2,3 ± 0,15	Jamshaid et al. (2022)
Calotropis procera/Epóxi	26,38 ± 0,47	-	Yoganandam et al. (2019)
Coco/Epóxi	74,6 ± 1,7	2,41 ± 0,08	Jamshaid et al. (2022)
Eichhornia crassipes/Epóxi	60,12 ± 5,56	4,76	Arivendan et al. (2022)
Juta/Epóxi	77,6 ± 2,4	4,31 ± 0,20	Jamshaid et al. (2022)
Hemp/Epóxi	76,69 ± 5,96	3,79 ± 0,67	Neves et al. 2020
Sida acuta/epóxi	35,32 ± 1,20	4,15 ± 0,21	Mohan et al. (2021)
Sisal/Epóxi	87,2 ± 2,1	3,27 ± 0,08	Jamshaid et al. (2022)

A Figura 4.30 apresenta micrografias em MEV das amostras após os ensaios de flexão, permitindo verificar as características e tendências da superfície de fratura.

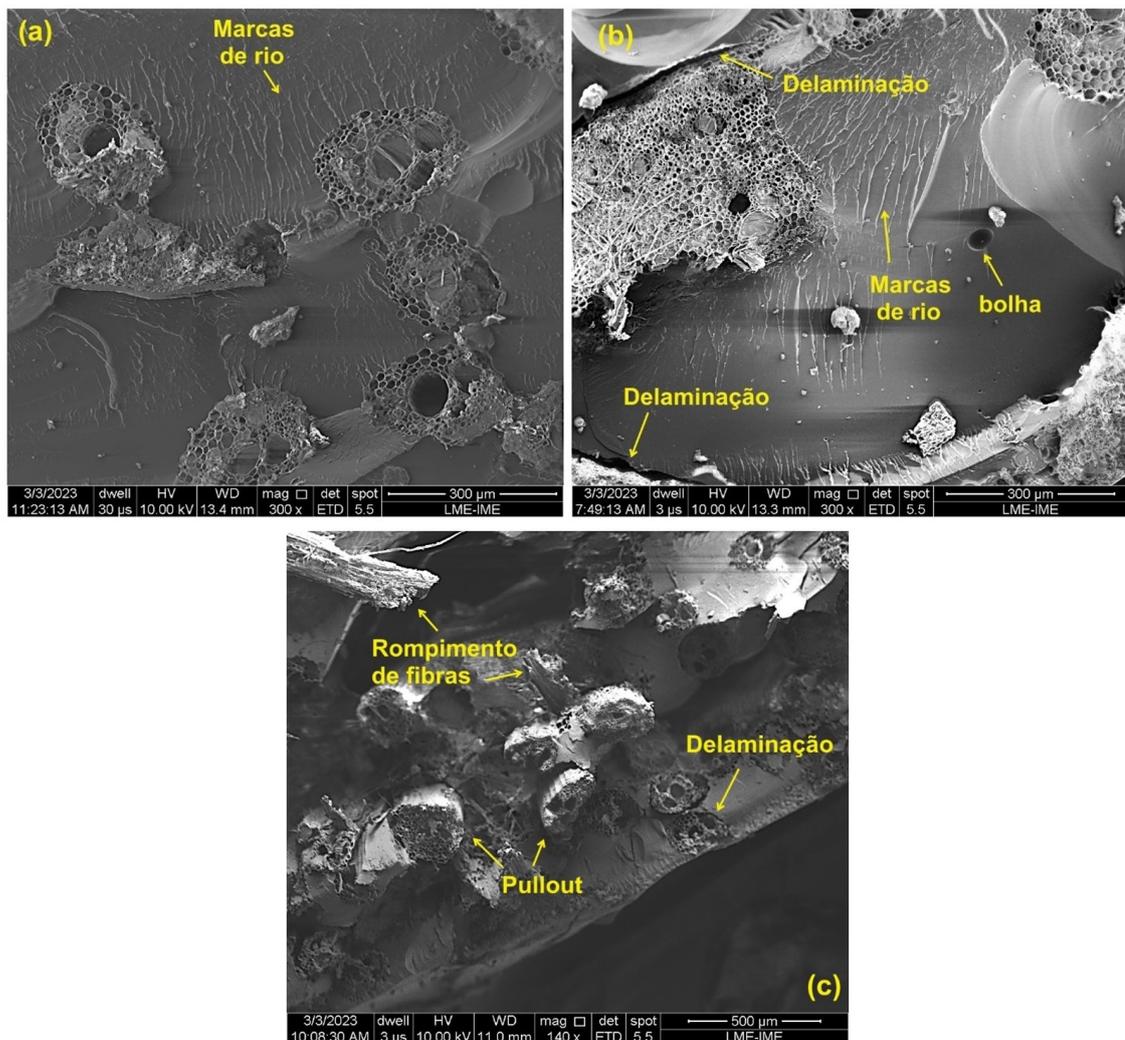


Figura 4.30 – Imagens de MEV da superfície de fratura dos compósitos de 10 - 30% v/v de fibras de ubim, após os ensaios de flexão: (a) 10%; (b) 20%; (c) 30%.

A Figura 4.30 mostra as superfícies de fratura por flexão das fibras nos diferentes compósitos. Nas quais, basicamente, apresentam marcas de rio, imperfeições, pullout, descolamento e ruptura da fibra. O compósito com 10% de fibras (Figura 4.30(a)) apresenta uma forte presença de marcas de rio, indicando características de fratura frágil. O compósito com 20% de fibras (Figura 4.30(b)), também apresenta marcas de rio, mas demonstra propriedades ligeiramente superiores, e as micrografias revelam uma maior atuação das fibras no material, com o surgimento de mecanismos como delaminação. No caso das amostras com 30% de fibras (Figura 4.30(c)), é possível identificar em maior grau mecanismos mais complexos, como pullout, rupturas de fibras e delaminações na região de interface entre a fibra e a matriz, o que pode caracterizar uma transição para fratura dúctil. Essa observação é confirmada pela maior resistência à flexão apresentada por esse grupo de amostras.

4.2.7 Avaliação Balística

Ensaio balísticos de velocidade residual foram realizados nas placas compósitas com frações volumétricas de 0, 10, 20 e 30% de fibras de ubim, utilizando munição de .45 pol e 7,62 mm. O objetivo desses ensaios foi avaliar a eficiência balística de cada grupo para diferentes projéteis. Através do ensaio foi possível mensurar a energia absorvida (E_{abs}) e a velocidade limite (V_L) de materiais compósitos. Os valores da velocidade de impacto (V_i) e velocidade residual (V_r) foram medidos em todos os ensaios balísticos.

4.2.7.1 Velocidade Residual com Munição .45 pol

Placas compósitas com frações volumétricas de 0 a 30% de fibras de ubim foram submetidas a ensaio de velocidade residual utilizando um projétil de calibre .45 pol. A Tabela 4.29 apresenta os valores das variáveis, como massa do projétil (M_p), a velocidade média de impacto (V_i), a velocidade residual média (V_r), a energia de absorção (E_{abs}) e a velocidade limite (V_L) de cada composição.

Tabela 4.29 – Dados obtidos no ensaio de velocidade residual para as amostras de 0 – 30% de fibras de ubim.

Amostra	M_p (g)	V_i (m/s)	V_r (m/s)	E_{abs} (J)	V_L (m/s)
Epóxi	$14,63 \pm 0,05$	$260,27 \pm 1,50$	$176,17 \pm 8,06$	$229,92 \pm 20,37$	$177,16 \pm 7,96$
10%	$14,60 \pm 0,08$	$260,92 \pm 1,70$	$198,83 \pm 14,62$	$169,04 \pm 35,38$	$151,51 \pm 15,2$
20%	$14,64 \pm 0,05$	$261,83 \pm 2,10$	$206,67 \pm 2,58$	$151,07 \pm 11,27$	$143,57 \pm 5,27$
30%	$14,62 \pm 0,04$	$260,58 \pm 1,59$	$209,17 \pm 2,99$	$138,36 \pm 16,73$	$137,39 \pm 8,12$

Uma melhor forma de avaliar os valores de energia absorvida pelos compósitos apresentados na Tabela 4.29 é através da representação gráfica dos dados obtidos no ensaio, conforme ilustrado na Figura 4.31.

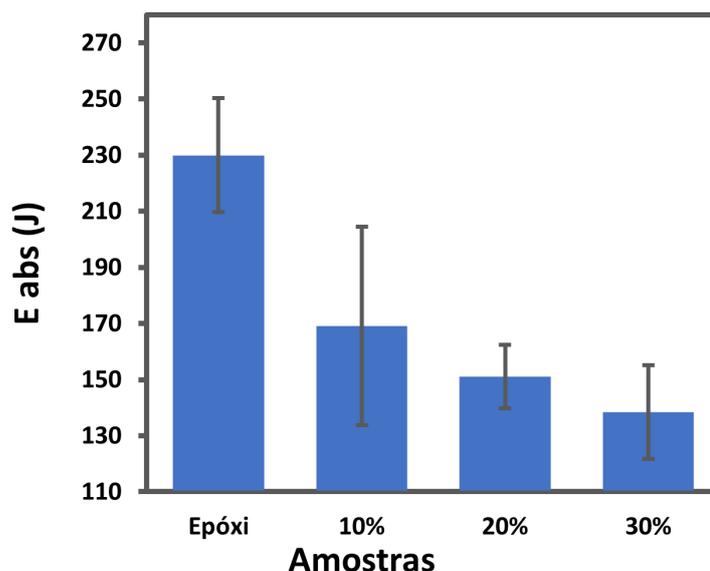


Figura 4.31 – Energia de absorção média para os compósitos nas frações de 0, 10, 20 e 30% de volume de fibras de ubim

Através da análise dos dados fornecidos pela Tabela 4.31, observa-se que o compósito com 10% de volume de fibras apresentou o menor valor de velocidade residual. Em contrapartida, este compósito exibiu capacidade maior de absorção de energia em comparação com os compósitos de 20 e 30%. Esse comportamento também pode ser identificado em outros estudos (NEUBA *et al.*, 2020; ASSIS *et al.*, 2018; PEREIRA *et al.*, 2019). Uma possível explicação para este fato é a predominância do comportamento frágil da matriz epóxi (OLIVEIRA *et al.*, 2020; FILHO *et al.*, 2020a). A matriz frágil epoxídica dissipa mais energia cinética, resultando na fragmentação completa do compósito epóxi. As Figuras 4.32 e 4.33 apresentam, respectivamente, as placas compósitas antes e após ensaio.

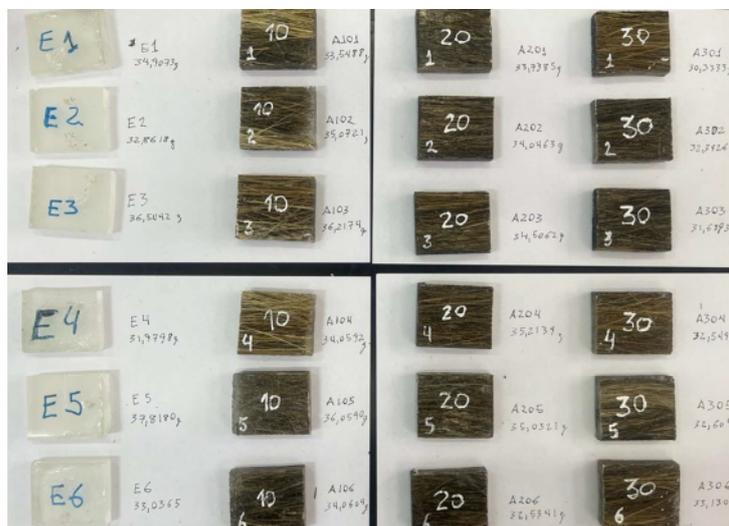


Figura 4.32 – Amostras antes do ensaio.



Figura 4.33 – Amostras após ensaio.

Ao avaliar a condição das amostras após o teste balístico, foi observado que as placas contendo 30% de fibras apresentaram fragmentação significativa, sem evidências de uma integridade física superior em relação às demais amostras. As amostras com 10 e 20% de volume de fibras também se mostraram muito fragmentadas, enquanto a amostra de epóxi puro se fragmentou totalmente. Segundo Monteiro *et al.* (2018) o critério de integridade dimensional das amostras tem uma importância considerada em aplicações balísticas. Nesse quesito, fica evidente que esses compósitos não suportaram as energias geradas no evento balístico em questão.

Com base nos valores de energia absorvida, foi realizado também a análise estatística de Weibull com a finalidade de determinar as características e tendências de confiabilidade das amostras. A Tabela 4.30 apresenta a distribuição de Weibull para a energia absorvida do compósito nas diferentes configurações de fração volumétrica de 0 a 30% de fibras de ubim.

Tabela 4.30 – Distribuição de Weibull para energia absorvida dos compósitos Epóxi/ubim para todas as composições ensaiadas

Amostras	Desvio Padrão	β	θ	R^2
Epóxi	18,60	11,44	239,82	0,88
10%	32,30	4,95	183,11	0,81
20%	10,29	13,95	156,70	0,97
30%	15,28	8,63	146,02	0,95

A Figura 4.34 apresenta os gráficos plotados com base nos parâmetros obtidos desta análise para cada percentual de fibras de ubim.

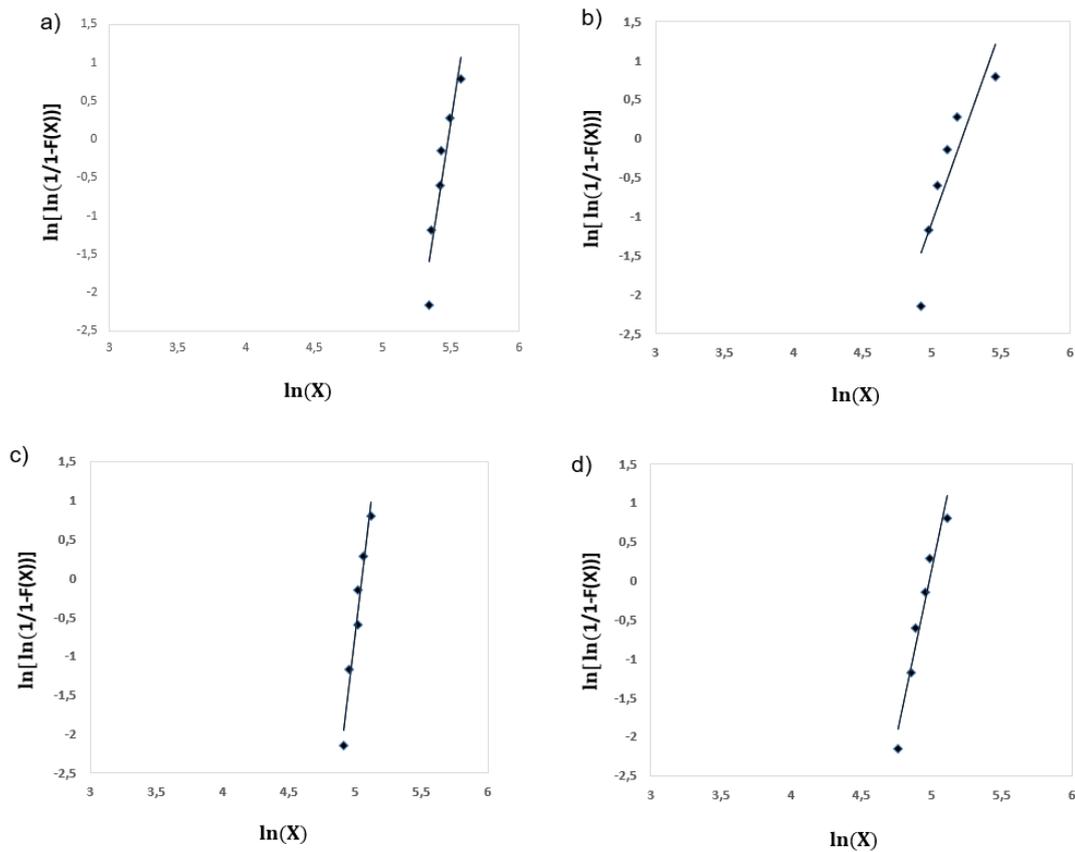


Figura 4.34 – Gráfico de Weibull para energia absorvida pelo impacto do projétil obtida no ensaio de velocidade residual. (a) Epóxi; (b) 10%, (c) 20%, (d) 30%.

Observa-se pela Tabela 4.30 e Figura 4.34 que a dispersão nos valores de energia absorvida se ajusta bem à distribuição de Weibull, como indicado pelos valores elevados de R^2 , todos acima de 0,81. Isso pode ser confirmado pela reta de ajuste, os pontos pouco se distanciaram dela, indicando boa qualidade no ajuste da distribuição. Além disso, o valor característico (θ) é similar a média de energia absorvida. Os valores encontrados para β são razoavelmente altos, próximos ou acima de 10, exceto nos compósitos com 10% de fibra de ubim. Também foi observada uma variação estatística um pouco elevada, expressa pelo desvio padrão de 32,30, e pelo baixo valor de β (4,95). Isso pode ser um indicativo que a distribuição das fibras nos corpos de prova pode ter sido menos uniforme em comparação com os demais compósitos, devido à menor quantidade de fibras presente.

Com o objetivo de avaliar a influência do percentual de fibras nos compósitos sobre a energia absorvida, foi realizada uma análise de variância para examinar as diferenças nos valores obtidos. A Tabela 4.31 apresenta os resultados da análise de variância ANOVA dos dados de energia de absorção em relação ao percentual de fibras presentes nos compósitos.

Tabela 4.31 – ANOVA da energia de absorção para amostras com 10, 20 e 30 % vol. de fibras de ubim.

Causas de variação	GL	Soma de Quadrados	Quadrado médio	F calc	Fcritico
Tratamentos	2	2851,2	1425,6	2,58	3,68
Resíduo	15	8293,9	552,9		
Total	17	11145,1			

A partir dos parâmetros estatísticos exibidos na Tabela 4.31, observa-se que ao se comparar o valor de F calculado em relação ao $F_{\text{crítico}}$, assume-se com 95% de confiança a hipótese de equidade entre as médias dos tratamentos, uma vez que $F_{\text{calculado}} (2,58) < F_{\text{crítico}} (3,68)$. Logo, pode-se afirmar que não houve diferença significativa entre os tipos de materiais utilizados, e portanto, conclui-se que a fração volumétrica de fibras no compósito não influencia diretamente na energia absorvida no impacto do projétil.

Uma outra forma de avaliar os valores de energia absorvida dos compósitos com fibra de ubim é comparando os dados obtidos com os de outras FNLs. Porém, foi observado que há uma escassez de estudos na literatura que abordem compósitos epóxi/fibras específicos utilizando projéteis de calibre .45 pol. Entretanto, é possível utilizar uma ferramenta já usada por outros autores que estimam a energia absorvida para diferentes projéteis (NEVES, 2022), tornando viável a comparação dos dados encontrados. Para a conversão, dividiu-se a energia absorvida calculada pela massa do projétil ensaiado e, em seguida, multiplicou-se pelo valor da massa do projétil de comparação. Com base nesse procedimento, utilizando os dados da energia absorvida e a massa do projétil calibre .45 pol do presente trabalho, foi possível estimar a tendência de energia absorvida para outros calibres, conforme mostrados na Tabela 4.32.

Tabela 4.32 – Estimativa de tendência da energia absorvida dos compósitos epóxi / ubim pra outros projéteis correspondentes.

Nível (Calibre)	Massa (g)	Energia absorvida (J)				
		I (.22) 2,6	II (9) 8	III A (.44) 15,6	III A (.45) 14,62	III (7.62) 9,7
Epóxi		40,89	125,81	245,34	229,93	152,55
10%		30,06	92,50	180,37	169,04	112,15
20%		26,87	82,66	161,19	151,07	100,23
30%		24,61	75,71	147,64	138,36	91,80

Considerando os valores de tendência de energia absorvida estimados para os diferentes calibres e grupos compósitos de ubim exibidos na Tabela 4.32, foi realizada uma pesquisa na literatura a fim de comparar a energia absorvida com trabalhos de outros autores que utilizaram diferentes fibras naturais. A Tabela 4.33 apresenta alguns dados encontrados em pesquisas recentes na literatura.

Tabela 4.33 – Energia absorvida de diferentes FNLs.

Amostras	Energia absorvida (J)			Calibre	Referências
	10%	20%	30%		
Epóxi / Ubim	169,04 ± 35	151,07 ± 11	138,36 ± 17	.45	*PT
Epóxi / Ubim	30,06	26,87	24,61	.22 (Tendência)	*PT
Epóxi / Titica	98,12 ± 8,99	95,26 ± 5,14	85,06 ± 4,48	.22	Cunha (2022)
Epóxi / Guarumã	-	-	105,5 ± 10,6	.22	Reis <i>et al.</i> (2021)
Epóxi / Junco	80,48 ± 1,49	76,34 ± 2,52	74,0 ± 2,5	.22	Neuba <i>et al.</i> (2020)
Epóxi / Tucum	-	84,02 ± 8,42	-	.22	Oliveira <i>et al.</i> (2020)
Epóxi / Caranã	-	-	48,17 ± 8,25	.22	Souza <i>et al.</i> (2022)
Epóxi / Cânhamo	-	-	134,1 ± 11,5	.22	Ribeiro <i>et al.</i> (2021)
Epóxi / Palf	-	-	169,22±27,50	7,62	Luz (2018)
Epóxi / Piaçava	272 ± 19	196 ± 18	200 ± 15	7,62	Filho <i>et al.</i> (2020b)
Epóxi / Coco	-	-	190,07±12,08	7,62	Luz (2018)
Epóxi / Ubim	169,04	151,07	138,36	7,62 (Estimado)	*PT

Ao se avaliar a Tabela 4.33, observa-se que o compósito com 30% de ubim apresentou resultados de energia absorvida inferiores quando comparados com todos outros compósitos de mesmo volume de fibra, em ambos calibres de comparação. O mesmo aconteceu para os compósitos com 10 e 20% de fibra de ubim. Porém, vale ressaltar que ter uma capacidade de absorção de energia baixa, em comparação com outras fibras, não indica inviabilidade para emprego balístico, pois por ser um componente individual, não retrata o desempenho conjunto num sistema de proteção multicamadas em função do efeito sinérgico (LUZ, 2018; ANDREW *et al.*, 2019).

Para compreender melhor os mecanismos de fratura atuantes durante o impacto balístico, foram realizadas micrografias de MEV das regiões impactadas pelo projétil, conforme ilustrado na Figura 4.35.

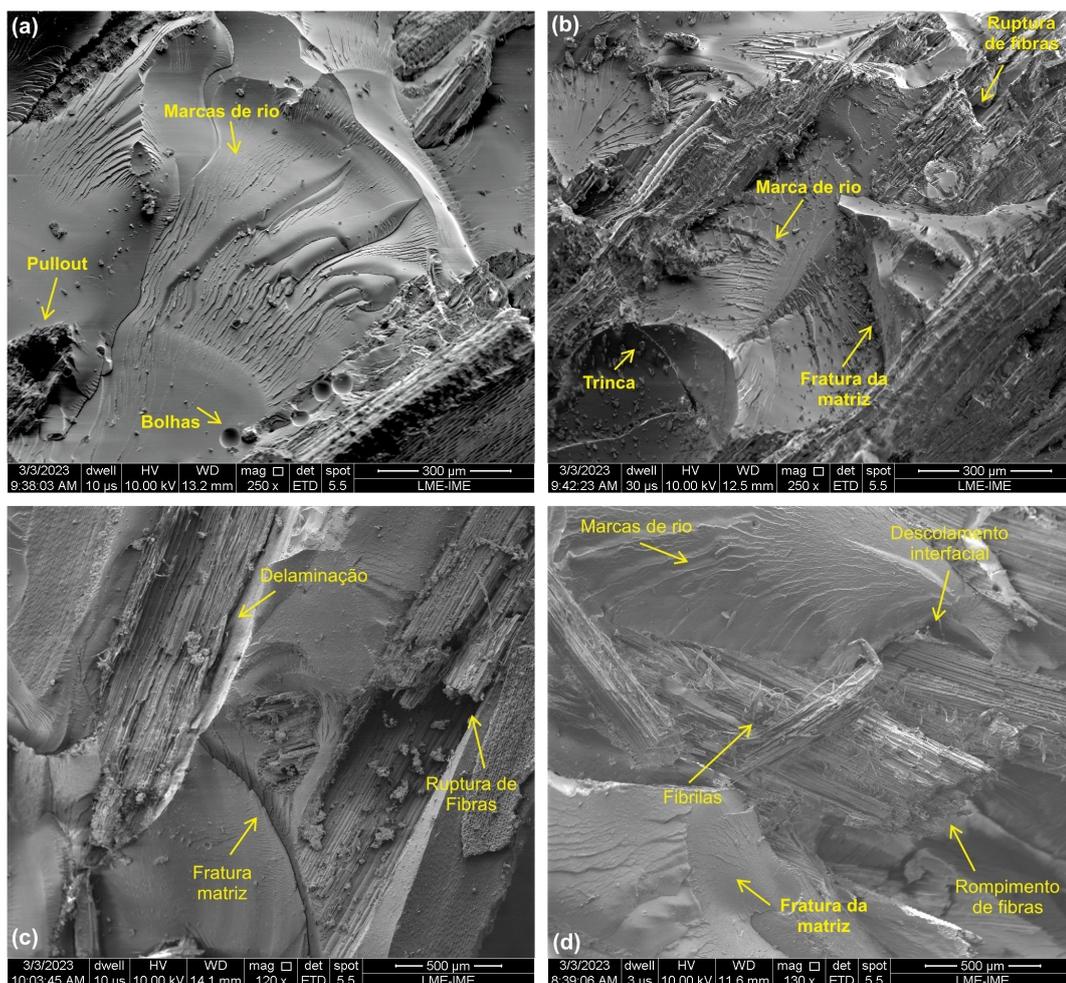


Figura 4.35 – Micrografias MEV da região de impacto balístico. (a) 10%-250x; (b) 10%-60x, (c) 20%-120x, (d) 30%-130x.

Na Figura 4.35(a) e (b), é possível observar alguns mecanismos de fratura no compósito de 10% de fibras, como fratura da matriz, trincas e marcas de rio. Observa-se também a presença de alguns vazios formados na superfície da resina devido ao pullout da fibra e imperfeições, como bolhas. O comportamento exibido pelo compósito com 10% de fibras apresenta uma tendência de fratura frágil, um típico mecanismo da resina epóxi caracterizada pelas extensas marcas de rios presentes na micrografia. Esses mecanismos não contribuem de forma efetiva para a resistência e rigidez do compósito, o que é evidenciado pela sua aparência totalmente estilhaçada após o impacto balístico. Isso sugere que o reforço proporcionado pelas fibras não foi eficaz nessa fração do compósito.

O compósito com 20% de fibras, mostrado na Figura 4.35(c), também apresentou mecanismos de falhas comuns em compósitos de epóxi com fibras naturais, tais como a ruptura de fibras, fratura da matriz, marcas de rio e delaminação. A delaminação é um mecanismo de dissipação de energia e envolve uma área de superfície livre relativamente grande, associada à extensa separação entre a fibra e a matriz epóxi. Apesar da energia de impacto dissipada, as fibras provavelmente ficaram fragilizadas devido à baixa adesão

interfacial e não conseguiram absorver de maneira eficiente parte das tensões atuantes na matriz, comprometendo a integridade dos compósitos nessa fração. Possíveis razões para sua desintegração parcial podem estar associados aos seus mecanismos de fratura (LUZ *et al.*, 2017).

A Figura 4.35(d) mostra a superfície pós impacto da amostra compósita com 30% em volume de fibra. Se destaca mais uma vez a superfície de fratura característica da matriz epóxi, com marcas de rio, porém com uma atuação maior do reforço através de mecanismos de falhas como ruptura de fibras e separação de fibrilas. As fibras quando submetidas a uma tensão, elas se separam em fibrilas, o que contribui para a dissipação de energia ao gerar uma área livre de superfície entre as fibrilas (MONTEIRO *et al.*, 2009).

4.2.7.2 Velocidade Residual com Munição 7,62 mm

O ensaio balístico de velocidade residual foi novamente realizado nas placas compósitas em cada fração volumétrica de reforço, dessa vez com a munição de calibre 7,62 mm. Com base nos resultados obtidos, foi possível estimar tanto a energia absorvida (E_{abs}) quanto a velocidade limite (V_L) de cada amostra ensaiada, seguindo o mesmo procedimento anterior, no qual foi utilizada a munição .45 pol. A Figura 4.36 ilustra os pontos experimentais obtidos para uma amostra de 30% em volume de fibras, a partir do espectro de radar Doppler acompanhado da curva polinomial ajustada.

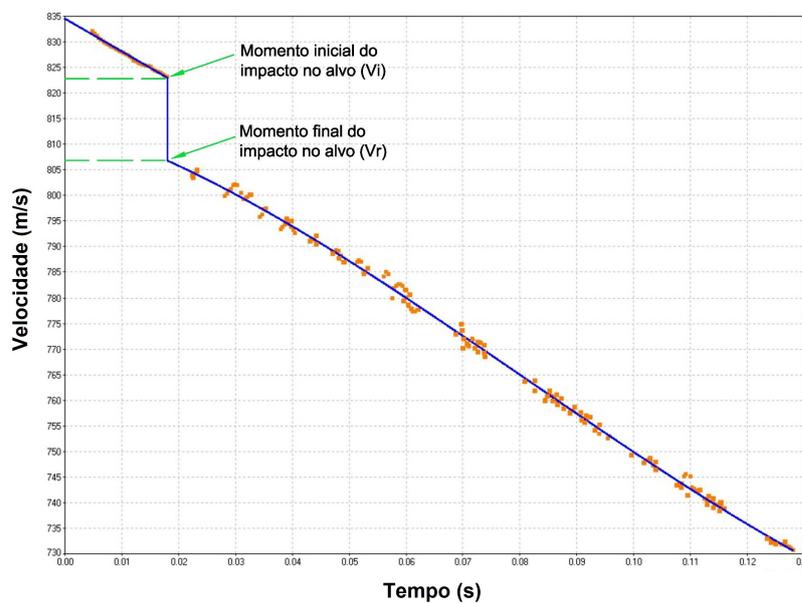


Figura 4.36 – Curva de pontos experimentais do ensaio de velocidade residual com munição 7.62 mm do compósito epóxi com 30% em volume de fibras de ubim.

Ao observar o gráfico da Figura 4.36, é possível notar uma queda repentina em aproximadamente 823 m/s. Esse momento marca o impacto do projétil no alvo, e a

velocidade nesse instante é definida como velocidade de impacto (V_i). A velocidade mínima atingida após o impacto é definida como velocidade residual (V_R).

Para cada fração volumétrica de fibras nos compósitos, foram construídos gráficos similares, e com base nos dados proporcionados por estas curvas, determinou-se a velocidade limite (V_L) e a energia absorvida (E_{abs}). Na Tabela 41 estão expostos os resultados obtidos de velocidade média de impacto (V_i), velocidade residual média (V_R), energia absorvida (E_{abs}) e sua porcentagem em relação à energia total ($\% E_{abs}$), bem como a estimativa da velocidade limite (V_L).

Tabela 4.34 – Parâmetros obtidos no ensaio de velocidade residual e velocidade limite para as amostras de 0- 30 % v/v com calibre 7.62 mm.

Amostra	V_i (m/s)	V_r (m/s)	E_{abs} (J)	$\% E_{abs}$	V_L (m/s)
Epóxi	812,58 ± 3,8456	786,28 ± 5,935	203,82 ± 18,92	6,4%	204,82 ± 9,36
10%	833,75 ± 12,817	810,28 ± 15,39	187,03 ± 25,99	5,5%	195,98 ± 13,57
20%	808,42 ± 9,8483	786,56 ± 10,81	169,07 ± 33,73	5,3%	185,98 ± 18,00
30%	815,28 ± 8,7059	794,85 ± 10,54	159,42 ± 26,32	4,9%	180,79 ± 14,93

A Tabela 4.34 indica um decréscimo acentuado da propriedade de energia absorvida com o aumento da fração volumétrica de fibras de ubim. Uma melhor forma de se avaliar os valores de energia absorvida é a representação gráfica dos dados obtidos no ensaio, conforme ilustra a Figura 4.37.

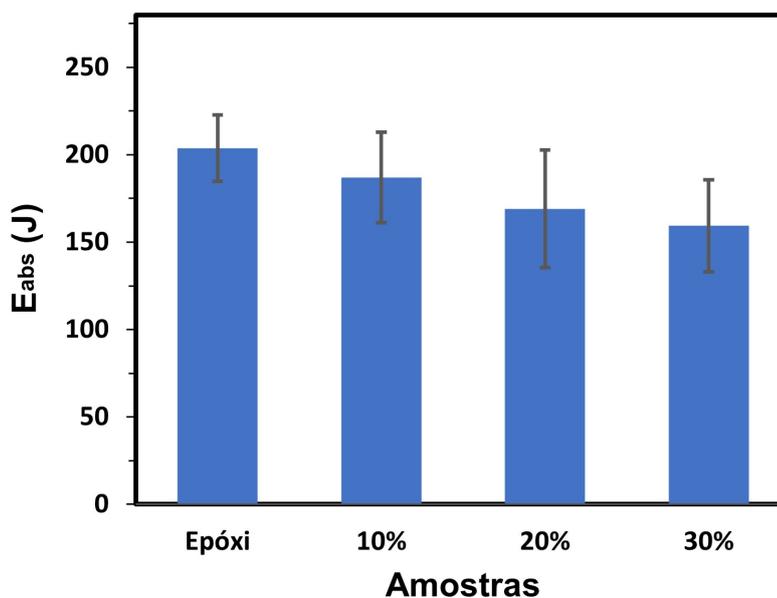


Figura 4.37 – Energia de absorção média para os compósitos nas frações de 10, 20, e 30% de volume de fibras de ubim

Esse comportamento de decréscimo na energia absorvida com o aumento da fração volumétrica também é identificado em outros estudos (CUNHA, 2022; NEUBA *et al.*, 2020;

ASSIS *et al.*, 2018; PEREIRA *et al.*, 2019). Uma explicação para esse fenômeno pode estar associada ao fato de que a matriz epóxi é relativamente frágil, e por sua vez gerar muitas fraturas superficiais após o impacto, que tendem a dissipar mais energia (FILHO *et al.*, 2020a). Além disso, em ensaios com alta velocidade de impacto, o mecanismo de fratura atuante é o cisalhamento. Diferente dos outros métodos de fratura, não há tempo hábil pra trinca chegar e percorrer a fibra criando mecanismos mais complexos como a delaminação do material, mas um cisalhamento seguido de deformação intensa até a ruptura completa no centro da amostra. Esse mesmo comportamento foi observado no ensaio de velocidade residual com munição .45 pol.

Com os valores de energia absorvida, a análise estatística de Weibull foi aplicada para determinar características e tendências de confiabilidade das amostras de 0 a 30% em volume de fibras, apresentados na Tabela 4.35.

Tabela 4.35 – Distribuição de Weibull para energia absorvida pelo impacto do projétil 7.62 mm nos compósitos de 0 a 30% v/v de fibras.

Amostras	Desvio Padrão	β	θ	R ²
Epóxi	17,27	10,74	212,84	0,83
10%	23,73	7,06	199,19	0,84
20%	30,79	5,13	183,55	0,82
30%	24,03	6,20	170,91	0,93

A Figura 4.38 apresenta os gráficos plotados através dos parâmetros obtidos.

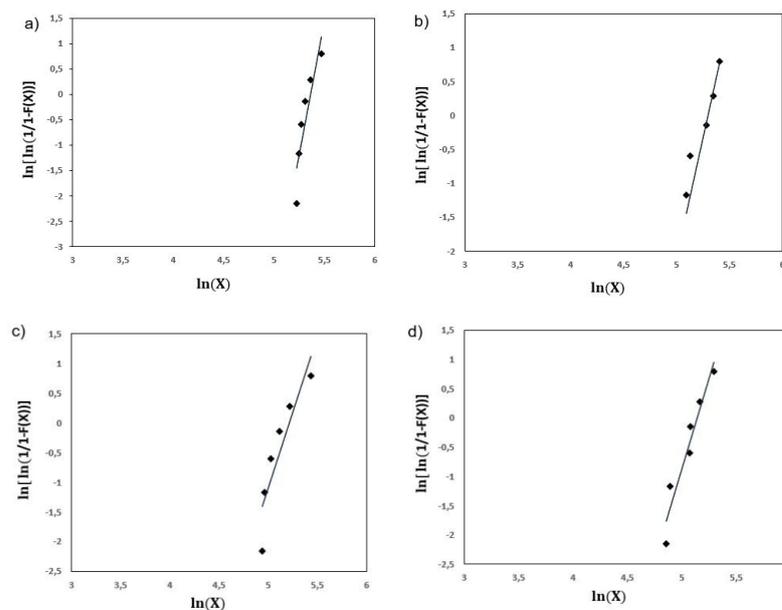


Figura 4.38 – Gráfico de Weibull para energia absorvida pelo impacto do projétil 7.62 mm obtida no ensaio de velocidade residual. (a) Epóxi; (b) 10%; (c) 20%; (d) 30%.

Com base nos valores da medida estatística R^2 , foi observado que o modelo linear está adequadamente ajustado aos dados, uma vez que todos os grupos testados apresentaram coeficientes maiores que 0,82. Isso indica que a distribuição dos dados é estatisticamente significativa, sendo que valores mais próximos de 1 indicam um ajuste melhor e um menor erro associado. Essa tendência pode ser visualizada na aproximação dos pontos à reta no gráfico de Weibull. Além disso, destaca-se que o valor característico de Weibull (θ) é similar ao encontrado pela média de energia absorvida.

A fim de identificar a influência do percentual de fibras nos compósitos na absorção de energia, foi utilizada a análise de variância ANOVA para avaliar os valores obtidos. Os resultados dessa análise estão apresentados na Tabela 4.36.

Tabela 4.36 – ANOVA de energia de absorção para amostras com 10, 20 e 30 % vol. de fibras de ubim.

Causas de variação	GL	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	$F_{\text{calculado}}$	$F_{\text{crítico}}$
Tratamentos	2	2357,0	1178,5	1,41	3,68
Resíduo	15	12528,9	835,3		
Total	17	14885,9			

A Tabela 4.36 apresenta os parâmetros estatísticos que influenciam a confiabilidade dos resultados. Os valores de $F_{\text{calculado}}$ (1,41) e $F_{\text{crítico}}$ (3,68), possuem a relação $F_{\text{calculado}} < F_{\text{crítico}}$. Essa diferença sugere que há uma alta probabilidade (95% de confiança) de que as médias dos tratamentos sejam equivalentes. Assim, pode-se concluir que a fração volumétrica de fibras presente no compósito não possui uma influência direta na absorção de energia cinética proveniente do projétil. Em outras palavras, o percentual de fibras nos compósitos não é um fator crítico na absorção de energia cinética.

Como mencionado anteriormente, a integridade física das amostras é um elemento a ser ponderado em materiais utilizados para blindagem balística. Nos experimentos de velocidade residual executados com projétil de calibre 7,62 mm, todas as amostras foram perfuradas e atravessadas pelo projétil. A Figura 4.39 representa as amostras ensaiadas com 20% e 30% de fração volumétrica de fibras.



Figura 4.39 – Amostras perfuradas após ensaio de velocidade residual com projétil 7,62 mm. (a) e (b) 20%; (c) e (d) 30%.

A placa contendo 10% v/v de fibras, assim como a placa de resina epóxi, se fragmentou em vários pedaços após o impacto balístico, no entanto, não foi documentada. Nas placas com 20% v/v de fibras, representadas pelas Figuras 4.39(a) e 4.39(b), observa-se também a fragmentação das amostras, com perda de alguns pedaços e, em alguns casos, a placa se dividindo em duas partes. Esse comportamento é um problema significativo e indesejável em materiais com finalidade balística.

As amostras com 30% v/v, Figuras 4.39(c) e 4.39(d), embora tenham mostrado menor capacidade de absorção de energia após o impacto, aparentemente demonstraram ter melhor integridade física do que todas as amostras anteriores. Porém, essa condição não se manteve em todas as amostras ensaiadas desse grupo, uma vez que algumas amostras também apresentaram trincas, mas com a propagação interrompida devido à maior atuação das fibras. Vários estudos publicados (FILHO *et al.*, 2020a; NEVES *et al.*, 2022; LUZ *et al.*, 2015) destacam a importância da integridade física dos corpos de prova em materiais destinados à blindagem balística.

Para uma avaliação mais detalhada dos mecanismos de fratura que não são visíveis a olho nu na superfície do material, foram realizadas micrografias por MEV nas regiões de impacto das amostras. Essas micrografias permitiram identificar possíveis causas e padrões de falha nas fibras e na matriz do material. As imagens correspondentes às amostras contendo de 10 a 30% v/v de fibras de ubim estão ilustradas nas Figs 4.40, 4.41 e 4.42.

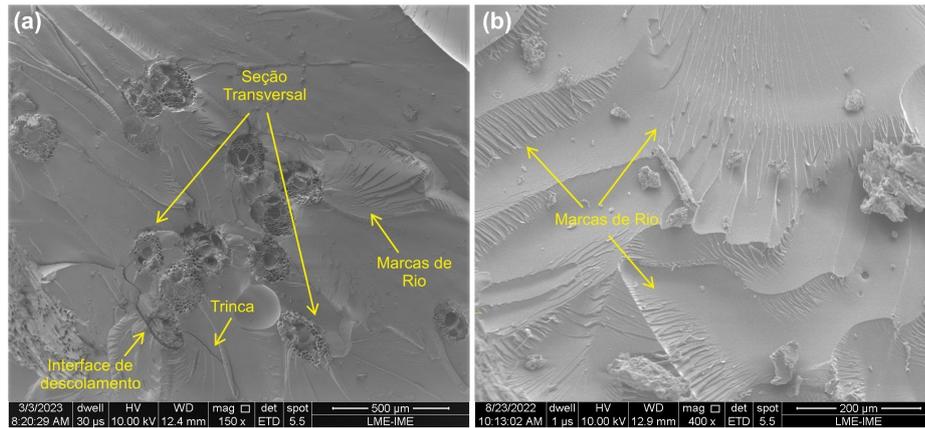


Figura 4.40 – Micrografias MEV da região de impacto balístico. (a)10% - 150X, (b)10% - 400x

Na Figura 4.40, referentes ao compósito com 10% de fibras de ubim, é possível observar diversos mecanismos de falha atuantes. Identificam-se, na superfície de fratura, a presença de trincas e seções transversais das fibras rompidas com interface de descolamento, o que sugere uma fraca adesão entre a fibra e a matriz epóxi do compósito, fator limitante para o aumento de resistência e rigidez (NETO *et al.*, 2022). Além disso, também é visível a ocorrência de marcas de rio na matriz, uma falha típica que ocorre em fibras naturais/resina polimérica em uma região com maior concentração de resina (HARISH *et al.*, 2009). É importante discutir que os compósitos com 10% apresentaram valores de energia absorvida relativamente superiores aos demais compósitos. Essa característica pode estar relacionada à atuação mais intensa dos mecanismos de fratura frágil da resina epóxi, evidenciados pela forte presença de marcas de rios. Ao gerar muitas fraturas superficiais com o impacto, tendem a dissipar mais energia. Além disso, a absorção de energia cinética pelo reforço também foi evidenciada pelo aparecimento de rupturas de fibras e trincas sobre a superfície do material. Alguns autores também relataram esse fato em seus estudos com fibras naturais (ASSIS *et al.*, 2018; LUZ *et al.*, 2015).

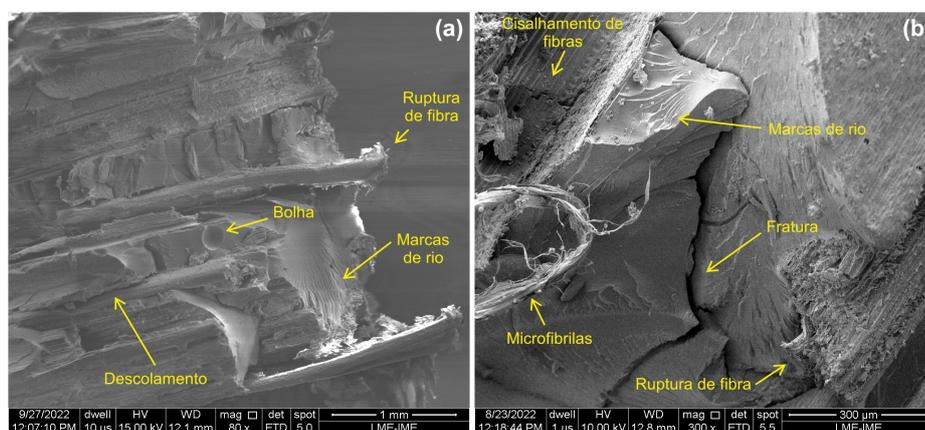


Figura 4.41 – Micrografias MEV da região de impacto balístico. (a)20%-80X, (b)20%-300x

A Figura 4.41 mostra as superfícies de fratura nas quais, basicamente, apresentam marcas de rio, imperfeições, fibras rompidas, trincas, separação de fibrilas, fratura da matriz e delaminação. O mecanismo de delaminação pode ocorrer quando a adesão interfacial entre a matriz e a fibra é prejudicada devido à diferença da natureza hidrofóbica da matriz polimérica e hidrofílica da fibra natural, resultando na separação em camadas. A interação interfacial deficiente pode ter sido responsável por sua falha precoce e pelos baixos valores de energia absorvida. Observa-se, em geral, que nessas amostras o comportamento frágil da matriz prevaleceu, uma vez que o reforço das fibras não atuou de forma eficiente.

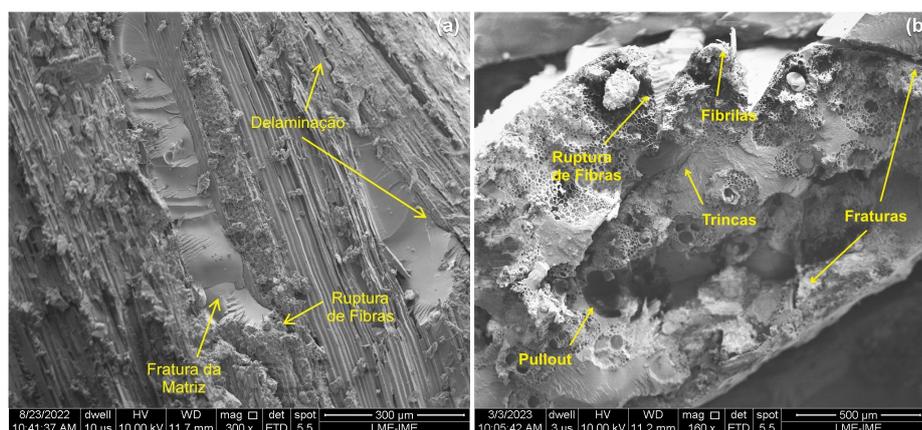


Figura 4.42 – Micrografias MEV da região de impacto balístico. (a)30%-300X, (b)30%-160x

Na Figura 4.42, é possível observar que algumas falhas se repetem como nos compósitos de 10 e 20%, dentre elas a ruptura de fibras, fratura da matriz, descolamento e delaminação. Como mencionado anteriormente, a delaminação prejudica a integridade dos compósitos, pois tende a separar suas fases. Porém, observa-se a presença das fibras como elementos de barreira, interrompendo as trincas ao longo da matriz.

Além disso, as amostras com 30% em volume de fibras apresentaram melhor estabilidade dimensional após impacto balístico do que as outras amostras, demonstrando que no geral, houve uma atuação mais eficiente do reforço através de mecanismos de falhas, como ruptura de fibras e separação de fibrilas. Também é possível observar a presença de vazios formados na superfície da resina devido ao pullout da fibra. É provável que as fibras não tenham conseguido absorver de maneira eficiente parte das tensões exercidas na matriz devido à sua baixa adesão interfacial. Em relação a energia absorvida, apesar das amostras com 30% tenham apresentado um valor menor, a atuação das fibras foi bastante evidenciada nas imagens, apesar de ineficiente.

5 CONCLUSÕES

- As fibras de ubim apresentaram diâmetro médio de 277,9 μm . A densidade aparente variou entre 0,73 e 0,82 g/cm^3 , enquanto a densidade absoluta foi de 1,86 g/cm^3 . Foi observada uma relação inversa entre a densidade e o diâmetro médio das fibras, indicando que fibras com diâmetros menores apresentaram maiores densidades. Isso está relacionado a uma menor presença de defeitos estruturais em fibras mais finas. A porosidade total foi avaliada em 66,8%, e teor de umidade de 15,6%. Além dessas características, as análises composicionais revelaram que as fibras de ubim possuem 31% de teor de extrativos, 16% de lignina, 37% de hemicelulose e 16% de celulose.
- As análises de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) revelaram a presença de bandas características de fibras naturais, relacionadas às vibrações moleculares dos grupos funcionais presentes nos constituintes principais das FNLs, como celulose, hemicelulose e lignina.
- Através dos ensaios de TGA e DTG, foi observado que as fibras de ubim apresentaram temperaturas de início de decomposição mais elevadas, em torno de 259,3°C. Além disso, à medida que as fibras foram incorporadas em compósitos, estes se tornaram mais estáveis termicamente. A temperatura de início de degradação dos compósitos variou entre 325°C e 335°C, sendo que os compósitos contendo 30% em volume de fibras se destacaram em relação aos demais grupos.
- Utilizando a técnica de DSC, foi observado que a transição vítrea das fibras de ubim ocorreu por volta de 71°C, associada à perda de umidade presente nas fibras. Nos compósitos, a faixa de transição vítrea foi de aproximadamente 55°C. Os eventos térmicos de decomposição identificados pela DTG puderam ser confirmados pelo DSC, com resultados próximos em termos de temperaturas, evidenciando uma correspondência entre as duas técnicas.
- Através das análises de difração de raios X das fibras de ubim, foi possível identificar no difratograma os picos característicos dos planos (101) e (002), que representam, respectivamente, a fase amorfa e a fase cristalina. O primeiro pico foi observado em 17,4°, enquanto o pico correspondente à presença de celulose foi registrado em 25,6°. Com base nesses dados, o índice de cristalinidade calculado foi de 83% e ângulo microfibrilar de 7,42°.
- A resistência média à tração das fibras de ubim foi de 112,6 MPa, o módulo de elasticidade foi de 5,6 GPa.

- No ensaio de Pullout, a resistência da ligação interfacial da fibra foi avaliada em 0,95 MPa e comprimento crítico foi medido em 8,48 mm.
- Através das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi possível a identificar o lúmen e as microfibrilas. Além disso, foram observadas protusões espinhosas na superfície da fibra, semelhantes às encontradas em outras fibras naturais, assim como muitas impurezas superficiais possivelmente relacionadas ao alto teor de extrativos.
- No ensaio de FTIR dos compósitos, foi observado o aparecimento da banda em 1733 cm^{-1} , atribuída ao estiramento das ligações C=O de grupos funcionais possivelmente pertencentes aos constituintes lignocelulósicos das fibras.
- Ao analisar as curvas de DMA, foi observado que o módulo de armazenamento dos compósitos apresentou valores entre 2435 MPa e 2805 MPa, ficando abaixo da resina epóxi de 2830 MPa. Isso provavelmente está relacionado com algum teor de umidade ainda presente nas fibras. O módulo de perda da amostra com 30% de fibras apresentou valor de 273 MPa, bem menor que o da resina epóxi de 375MPa, repetindo o mesmo padrão observado no módulo de armazenamento. Além disso, a $\tan \delta$ foi reduzida tanto no compósito com 20% e no de 30% em comparação ao epóxi puro. O valor da Tg dos compósitos foi de $90,12^{\circ}\text{C}$ para 20% e $83,38^{\circ}\text{C}$ para 30%.
- No ensaio de impacto Izod, foi observado um aumento na energia de impacto com a adição de fibras de ubim à resina. Os compósitos contendo 30% de fibras apresentaram um desempenho superior, absorvendo uma média de energia de 88,34 J/m. As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostraram que as composições com teores mais baixos de fibras exibiam predominantemente elementos de fratura frágil. No entanto, a partir de 30% de fibras, mecanismos mais complexos foram observados, como pullout, ruptura de fibras e delaminações. A análise de variância (ANOVA) confirmou que os melhores resultados de energia de impacto Izod foram obtidos nos compósitos com 30% de volume de fibras.
- Para os ensaios de tração, o compósito com 30% de fibras apresentou melhores propriedades mecânicas de resistência e rigidez. No entanto, os compósitos reforçados com 10% e 20% de fibra exibiram uma resistência à tração relativamente baixa, apresentando valores inferiores aos da resina epóxi pura. Isso sugere que as fibras atuaram mais como defeitos na estrutura do que como reforço. Essa diminuição na resistência à tração pode ser atribuída à dificuldade na transferência de carga entre a fibra e a matriz devido à fraca interface entre elas. Isso pode limitar a eficiência da transferência de forças, resultando em um desempenho inferior nesses compósitos. A análise de variância rejeitou a hipótese de que as médias possuíam valores iguais com

um nível de confiança de 5%. Além disso, indicou que os compósitos com 30% em volume apresentaram um desempenho superior, exibindo uma diferença significativa em relação aos compósitos reforçados com 10% em volume.

- O ensaio de flexão também demonstrou um aumento nas propriedades mecânicas com o acréscimo de fibras no compósito. O compósito contendo 30% de fibras obteve o melhor resultado, com uma resistência à flexão de 63,31 MPa e um módulo de elasticidade de 5,71 GPa.
- Os ensaios balísticos de velocidade residual, utilizando munição .45 pol, revelaram uma redução na energia absorvida pelas placas compósitas à medida que o teor de fibra aumentava. Esse comportamento também foi observado nas medidas de velocidade limite. O comportamento frágil da matriz epóxi pode ser uma justificativa para esses resultados. No entanto, quando comparados à matriz epóxi pura, os compósitos ainda apresentam valores inferiores. Ao analisar a estabilidade dimensional, foi observado que as placas com 30% de reforço de fibras não apresentaram melhor estabilidade do que as demais amostras. A energia absorvida foi verificada pelo método ANOVA, confirmando estatisticamente não haver diferença significativa entre as amostras de 10, 20 e 30%, ou seja, a fração volumétrica de fibras não influenciou diretamente na energia absorvida no impacto do projétil.
- No ensaio de velocidade residual utilizando munição de 7,62 mm, observou-se tendências semelhantes ao ensaio anterior realizado com munição de .45 pol. A energia absorvida e a velocidade limite diminuíram à medida que a fração volumétrica das fibras aumentou. No entanto, os compósitos que apresentaram melhor estabilidade dimensional foram aqueles com maior percentual de fibras. Isso indica que o aumento da quantidade de fibras de certa forma contribui, de certa forma, para uma maior resistência do compósito, mesmo que haja uma redução na energia absorvida e velocidade limite no ensaio de velocidade residual.
- Com base na análise dos resultados de energia de absorção em ambas munições utilizadas, conclui-se que as placas de compósitos utilizadas isoladamente, sem a inserção em um sistema multicamada, não são adequadas para o uso em blindagem balística de nível I.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados e conclusões deste trabalho, sugere-se:

- Estudar o comportamento balístico de uma blindagem multicamada, tendo como camada intermediária o compósito de matriz epóxi com fibras de ubim com diferentes frações volumétricas;
- Produzir compósitos com 40% de fibras de ubim e avaliar sua influência sobre as propriedades mecânicas, térmicas e balísticas apresentadas pelos compósitos;
- Avaliar o comportamento mecânico de compósitos utilizando outra matriz como poliéster ou elastômero, reforçados com fibras de ubim;
- Avaliar o comportamento mecânico, térmico e balístico de um compósito híbrido utilizando fibras sintéticas em associação às fibras de ubim;

REFERÊNCIAS

- AALIYA, B.; SUNOOJ, K. V.; LACKNER, M. Biopolymer composites: A review. **International Journal of Biobased Plastics**, Taylor & Francis, v. 3, n. 1, p. 40–84, 2021.
- ABRAHAM, E.; DEEPA, B.; POTHAN, L. A.; JACOB, M.; THOMAS, S.; CVELBAR, U.; ANANDJIWALA, R. Extraction of nanocellulose fibrils from lignocellulosic fibres: A novel approach. **Carbohydrate Polymers**, Elsevier, v. 86, n. 4, p. 1468–1475, 2011.
- AGARWAL, B.; BROUTMAN, L.; AGARWAL, B.; BROUTMAN, L. **Analysis and performance of fiber composites Second edition**. [S.l.]: John Wiley & Sons, 1990.
- AHMAD, F.; CHOI, H. S.; PARK, M. K. A review: natural fiber composites selection in view of mechanical, light weight, and economic properties. **Macromolecular materials and engineering**, Wiley Online Library, v. 300, n. 1, p. 10–24, 2015.
- ALOTAIBI, M. D.; ALSHAMMARI, B. A.; SABA, N.; ALOTHMAN, O. Y.; SANJAY, M.; ALMUTAIRI, Z.; JAWAID, M. Characterization of natural fiber obtained from different parts of date palm tree (phoenix dactylifera l.). **International journal of biological macromolecules**, Elsevier, v. 135, p. 69–76, 2019.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM E1131**: Standard test method for compositional analysis by thermogravimetry. West Conshohocken, 2003.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM D1348**: Standard test methods for moisture in cellulose. West Conshohocken, 2008.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM D3800**: Standard test method for density of high-modulus fibers. West Conshohocken, 2010.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM D1106**: Standard test method for acid-insoluble lignin in wood. West Conshohocken, 2013.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM D3039**: Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials. West Conshohocken, 2017.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM D790**: Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials. West Conshohocken, 2017.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM D256**: Standard test methods for determining the izod pendulum impact resistance of plastics. West Conshohocken, 2018.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM E1640**: Standard test method for assignment of the glass transition temperature by dynamic mechanical analysis. West Conshohocken, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM D4892**: Standard test method for density of solid pitch (helium pycnometer method). West Conshohocken, 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM C1557**: Standard test method for tensile strength and young's modulus of fibers. West Conshohocken, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM D4065**: Standard practice for plastics: Dynamic mechanical properties: Determination and report of procedures. West Conshohocken, 2020.

ANDERSON, T. L. **Fracture mechanics: fundamentals and applications**. [S.l.]: CRC press, 2017.

ANDREW, J. J.; SRINIVASAN, S. M.; AROCKIARAJAN, A.; DHAKAL, H. N. Parameters influencing the impact response of fiber-reinforced polymer matrix composite materials: A critical review. **Composite Structures**, Elsevier, v. 224, p. 111007, 2019.

ASIM, M.; JAWAID, M.; ABDAN, K.; ISHAK, M. R. Effect of alkali and silane treatments on mechanical and fibre-matrix bond strength of kenaf and pineapple leaf fibres. **Journal of Bionic Engineering**, Elsevier, v. 13, n. 3, p. 426–435, 2016.

ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. **Essentials of materials science and engineering**. [S.l.]: Cengage Learning, 2018.

ASSIS, F. S. de; PEREIRA, A. C.; FILHO, F. da C. G.; JR, E. P. L.; MONTEIRO, S. N.; WEBER, R. P. Performance of jute non-woven mat reinforced polyester matrix composite in multilayered armor. **Journal of materials research and technology**, Elsevier, v. 7, n. 4, p. 535–540, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15000**: Armour systems — ballistic protection part 2: Classification, requirements and test methods for flat materials. Rio de Janeiro, 2020.

AZAM, F.; AHMAD, F.; AHMAD, S.; ZAFAR, M. S.; ULKER, Z. Synthesis and characterization of natural fibers reinforced alginate hydrogel fibers loaded with diclofenac sodium for wound dressings. **International Journal of Biological Macromolecules**, Elsevier, v. 241, p. 124623, 2023.

AZWA, Z.; YOUSIF, B.; MANALO, A.; KARUNASENA, W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. **Materials & Design**, Elsevier, v. 47, p. 424–442, 2013.

BEHERA, S.; MOHANTY, J.; NATH, G.; MAHANTA, T. K. Exploring properties of short randomly oriented rattan fiber reinforced epoxy composite for automotive application. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, v. 20, n. 1, p. 2163024, 2023.

BELHADJ, O.; HAMMICHE, D.; BOUKERROU, A.; GÉRARD, J.-F.; DUCHET, J. Effect of alfa fiber loading on the mechanical, physical and dielectric properties of epoxy-amine composite. **Journal of Composite Materials**, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 56, n. 23, p. 3563–3573, 2022.

BELOUADAH, Z.; ATI, A.; ROKBI, M. Characterization of new natural cellulosic fiber from lygeum spartum l. **Carbohydrate polymers**, Elsevier, v. 134, p. 429–437, 2015.

- BEZERRA, W. B.; OLIVEIRA, M. S.; FILHO, F. C. G.; DEMOSTHENES, L. C.; SILVA, L. C. da; MONTEIRO, S. N. Characterization of arapaima fish scales and related reinforced epoxy matrix composites by xrd, eds, and sem. In: SPRINGER. **Green Materials Engineering: An EPD Symposium in Honor of Sergio Monteiro**. [S.l.], 2019. p. 117–124.
- BHATNAGAR, A. **Lightweight ballistic composites: military and law-enforcement applications**. [S.l.]: Woodhead Publishing, 2016.
- BISWAS, M. C.; FORD, E. Using sodium polyacrylate to gel-spin lignin/poly (vinyl alcohol) fiber at high lignin content. **Polymers**, MDPI, v. 14, n. 13, p. 2736, 2022.
- BLEDZKI, A.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibres. **Progress in polymer science**, Elsevier, v. 24, n. 2, p. 221–274, 1999.
- BLEDZKI, A.; REIHMANE, S.; GASSAN, J. Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites. **Journal of applied polymer science**, Wiley Online Library, v. 59, n. 8, p. 1329–1336, 1996.
- BOUMEDIRI, H.; BEZAZI, A.; PINO, G. G. D.; HADDAD, A.; SCARPA, F.; DUFRESNE, A. Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential bio-reinforcement in composite. **Carbohydrate polymers**, Elsevier, v. 222, p. 114997, 2019.
- BOUTIN, M.; ROGEON, A.; AUFRAY, M.; PIQUET, R.; ROUILLY, A. Influence of flax fibers on network formation of dgeba/deta matrix. **Composite Interfaces**, Taylor & Francis, v. 28, n. 1, p. 17–34, 2021.
- BRAGA, F. d. O.; LUZ, F. S.; MONTEIRO, S. N.; JR, E. P. L.; LOURO, L. H. L.; GOMES, A. V. Desempenho balístico de uma blindagem cerâmica multicamada com modificação na geometria de impacto. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, ABM- Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 72, n. 72, p. 3828–3835, 2017.
- CANEVAROLO, S. V. **Polymer science: a textbook for engineers and technologists**. [S.l.]: Carl Hanser Verlag GmbH Co KG, 2019.
- CAVE, I. Theory of x-ray measurement of microfibril angle in wood: Part 1. the condition for reflection x-ray diffraction by materials with fibre type symmetry. **Wood Science and Technology**, Springer, v. 31, n. 3, p. 143–152, 1997.
- CHAWLA, K. K. **Composite materials: science and engineering**. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2012.
- CHEE, S. S.; JAWAID, M.; SULTAN, M. T. Thermal stability and dynamic mechanical properties of kenaf/bamboo fibre reinforced epoxy composites. **BioResources**, v. 12, n. 4, p. 7118–7132, 2017.
- CHEN, H.; MIAO, M.; DING, X. Influence of moisture absorption on the interfacial strength of bamboo/vinyl ester composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, Elsevier, v. 40, n. 12, p. 2013–2019, 2009.

- COSTA, U. O.; NASCIMENTO, L. F. C.; GARCIA, J. M.; BEZERRA, W. B. A.; MONTEIRO, S. N. Evaluation of izod impact and bend properties of epoxy composites reinforced with mallow fibers. **Journal of Materials Research and Technology**, Elsevier, v. 9, n. 1, p. 373–382, 2020.
- CUNHA, J. d. S. C. da; NASCIMENTO, L. F. C.; LUZ, F. S. da; MONTEIRO, S. N.; LEMOS, M. F.; SILVA, C. G. da; SIMONASSI, N. T. Physical and mechanical characterization of titica vine (*heteropsis flexuosa*) incorporated epoxy matrix composites. **Polymers**, MDPI, v. 13, n. 23, p. 4079, 2021.
- CUNHA, J. dos S. C. **Caracterização e avaliação de propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de cipó-titica (*heteropsis flexuosa*) e grafeno para aplicação em blindagem balística**. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2022.
- CUNHA, J. dos Santos Carneiro da; NETO, H. E. de O.; GIACON, V. M.; MANZATO, L.; SILVA, C. G. da. Study on mechanical and thermal properties of amazon fibers on the polymeric biocomposites: Malva and tucum. **Fibers and Polymers**, Springer, v. 22, n. 11, p. 3203–3211, 2021.
- DANIEL, I. M.; ISHAI, O.; DANIEL, I. M.; DANIEL, I. **Engineering mechanics of composite materials**. [S.l.]: Oxford university press New York, 2006. v. 1994.
- DASORE, A.; RAJAK, U.; BALIJEPALLI, R.; VERMA, T. N.; RAMAKRISHNA, K. An overview of refinements, processing methods and properties of natural fiber composites. **Materials Today: Proceedings**, Elsevier, v. 49, p. 296–300, 2022.
- DAWIT, J. B.; REGASSA, Y.; LEMU, H. G. Property characterization of acacia tortilis for natural fiber reinforced polymer composite. **Results in Materials**, Elsevier, v. 5, p. 100054, 2020.
- DAYO, A. Q.; WANG, A.-r.; KIRAN, S.; WANG, J.; QURESHI, K.; ZEGAOUI, A.; DERRADJI, M.; BABAR, A. A.; LIU, W.-b. *et al.* Impacts of hemp fiber diameter on mechanical and water uptake properties of polybenzoxazine composites. **Industrial crops and products**, Elsevier, v. 111, p. 277–284, 2018.
- DEMOSTHENES, L. C. da C.; NASCIMENTO, L. F. C.; MONTEIRO, S. N.; COSTA, U. O.; FILHO, F. da C. G.; LUZ, F. S. da; OLIVEIRA, M. S.; RAMOS, F. J. H. T. V.; PEREIRA, A. C.; BRAGA, F. O. Thermal and structural characterization of buriti fibers and their relevance in fabric reinforced composites. **Journal of Materials Research and technology**, Elsevier, v. 9, n. 1, p. 115–123, 2020.
- DIP, T. M.; BEGUM, H. A.; HOSSAIN, M. A. A.; UDDIN, M. M.; FARUQUE, M. O. Analysis of physico-mechanical properties of jute and polyester blended yarn. **International journal of Scientific Research and Management (IJSRM)**, v. 6, n. 09, 2018.
- DONALDSON, L. Microfibril angle: measurement, variation and relationships—a review. **Iawa Journal**, Brill, v. 29, n. 4, p. 345–386, 2008.
- FARUK, O.; BLEDZKI, A. K.; FINK, H.-P.; SAIN, M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. **Progress in polymer science**, Elsevier, v. 37, n. 11, p. 1552–1596, 2012.

- FENGEL, D.; WEGENER, G. **Wood: chemistry, ultrastructure, reactions**. [S.l.]: Walter de Gruyter, 2011.
- FILHO, F. D. C. G.; OLIVEIRA, M. S.; PEREIRA, A. C.; NASCIMENTO, L. F. C.; MATHEUS, J. R. G.; MONTEIRO, S. N. Ballistic behavior of epoxy matrix composites reinforced with piassava fiber against high energy ammunition. **Journal of Materials Research and Technology**, Elsevier, v. 9, n. 2, p. 1734–1741, 2020.
- FILHO, F. da C. G.; LUZ, F. S. da; OLIVEIRA, M. S.; PEREIRA, A. C.; COSTA, U. O.; MONTEIRO, S. N. Thermal behavior of graphene oxide-coated piassava fiber and their epoxy composites. **Journal of Materials Research and Technology**, Elsevier, v. 9, n. 3, p. 5343–5351, 2020.
- GARCIA, F. G.; SOARES, B. G.; PITA, V. J.; SÁNCHEZ, R.; RIEUMONT, J. Mechanical properties of epoxy networks based on dgeba and aliphatic amines. **Journal of Applied Polymer Science**, Wiley Online Library, v. 106, n. 3, p. 2047–2055, 2007.
- GHOLAMPOUR, A.; OZBAKKALOGLU, T. A review of natural fiber composites: Properties, modification and processing techniques, characterization, applications. **Journal of Materials Science**, Springer, v. 55, n. 3, p. 829–892, 2020.
- GLÓRIA, G. O.; TELES, M. C. A.; NEVES, A. C. C.; VIEIRA, C. M. F.; LOPES, F. P. D.; GOMES, M. de A.; MARGEM, F. M.; MONTEIRO, S. N. Bending test in epoxy composites reinforced with continuous and aligned palf fibers. **Journal of Materials Research and Technology**, Elsevier, v. 6, n. 4, p. 411–416, 2017.
- GONZÁLEZ, M. G.; CABANELAS, J. C.; BASELGA, J. Applications of ftir on epoxy resins-identification, monitoring the curing process, phase separation and water uptake. **Infrared spectroscopy-materials science, engineering and technology**, InTech London, UK, v. 2, p. 261–284, 2012.
- GOPINATH, R.; BILLIGRAHAM, P.; SATHISHKUMAR, T. Characterization studies on new cellulosic fiber extracted from leucaena leucocephala tree. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, v. 20, n. 1, p. 2157922, 2023.
- GURUNATHAN, T.; MOHANTY, S.; NAYAK, S. K. A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, Elsevier, v. 77, p. 1–25, 2015.
- GÜVEN, O.; MONTEIRO, S. N.; MOURA, E. A.; DRELICH, J. W. Re-emerging field of lignocellulosic fiber–polymer composites and ionizing radiation technology in their formulation. **Polymer Reviews**, Taylor & Francis, v. 56, n. 4, p. 702–736, 2016.
- HARISH, S.; MICHAEL, D. P.; BENSELY, A.; LAL, D. M.; RAJADURAI, A. Mechanical property evaluation of natural fiber coir composite. **Materials characterization**, Elsevier, v. 60, n. 1, p. 44–49, 2009.
- HENDERSON, A.; GALEANO, G.; BERNAL, R. **Field guide to the palms of the Americas**. [S.l.]: Princeton University Press, 2019. v. 5390.
- HOSSAIN, M. K.; KARIM, M. R.; CHOWDHURY, M. R.; IMAM, M. A.; HOSUR, M.; JEELANI, S.; FARAG, R. Comparative mechanical and thermal study of chemically treated and untreated single sugarcane fiber bundle. **Industrial Crops and Products**, Elsevier, v. 58, p. 78–90, 2014.

- HUBBE, M. A.; LUCIA, L. A. The “love-hate” relationship present in lignocellulosic materials,”. **BioResources**, v. 2, n. 4, p. 534–535, 2007.
- IBRAHEEM, S.; STANDARD, O.; KOSHY, P.; DEVASAHYAM, S.; BANDYOPADHYAY, S. Sem study of debonding/pull-out features & ftir analysis of bonding in fly ash-epoxy particulate composites. **Int. J. Enhanced Res. Sci. Technol. Eng.**, v. 5, n. 3, p. 230–244, 2016.
- INDRAN, S.; RAJ, R. E.; SREENIVASAN, V. Characterization of new natural cellulosic fiber from cissus quadrangularis root. **Carbohydrate polymers**, Elsevier, v. 110, p. 423–429, 2014.
- IOZZI, M. A.; MARTINS, G. S.; MARTINS, M. A.; FERREIRA, F. C.; JOB, A. E.; MATTOSO, L. H. Estudo da influência de tratamentos químicos da fibra de sisal nas propriedades de compósitos com borracha nitrílica. **Polímeros**, SciELO Brasil, v. 20, p. 25–32, 2010.
- JHA, K.; KATARIA, R.; VERMA, J.; PRADHAN, S. Potential biodegradable matrices and fiber treatment for green composites: A review. **AIMS Materials Science**, v. 6, n. 1, p. 119–138, 2019.
- JIANG, S.; ZHA, S.; XIA, L.; GUAN, R. Synthesis and characterization of diphenylsilanediol modified epoxy resin and curing agent. **Journal of Adhesion Science and Technology**, Taylor & Francis, v. 29, n. 7, p. 641–656, 2015.
- JOHN, M. J.; THOMAS, S. Biofibres and biocomposites. **Carbohydrate polymers**, Elsevier, v. 71, n. 3, p. 343–364, 2008.
- JUNIO, R. F. P.; NASCIMENTO, L. F. C.; NEUBA, L. d. M.; SOUZA, A. T.; MOURA, J. V. B.; FILHO, F. d. C. G.; MONTEIRO, S. N. Copernicia prunifera leaf fiber: A promising new reinforcement for epoxy composites. **Polymers**, MDPI, v. 12, n. 9, p. 2090, 2020.
- JUNIO, R. F. P.; NEUBA, L. de M.; SOUZA, A. T.; PEREIRA, A. C.; NASCIMENTO, L. F. C.; MONTEIRO, S. N. Thermochemical and structural characterization of promising carnauba novel leaf fiber (copernicia prunifera). **Journal of Materials Research and Technology**, Elsevier, v. 18, p. 4714–4723, 2022.
- JÚNIOR, I. B.; BELINI, U. L.; ELLENBERGER, A.; KEINERT, A. C. Fibras naturais e compósitos nas indústrias de mobilidade. **Mix Sustentável**, v. 6, n. 4, p. 129–138, 2020.
- KALIA, S.; KAITH, B.; KAUR, I. **Cellulose fibers: bio-and nano-polymer composites: green chemistry and technology**. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2011.
- KAR, A.; SAIKIA, D. Characterization of new natural cellulosic fiber from calamus tenuis (jati bet) cane as a potential reinforcement for polymer composites. **Heliyon**, Elsevier, v. 9, n. 6, 2023.
- KATHIRSELVAM, M.; KUMARAVEL, A.; ARTHANARIESWARAN, V.; SARAVANA-KUMAR, S. Isolation and characterization of cellulose fibers from thespesia populnea barks: A study on physicochemical and structural properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, Elsevier, v. 129, p. 396–406, 2019.

- KAYAMBU, A.; RAMASUBBU, R. Physical chemical and surface morphological characterization of areca catechu fiber. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, v. 19, n. 15, p. 11435–11448, 2022.
- KELLY, A.; TYSON, a. W. Tensile properties of fibre-reinforced metals: copper/tungsten and copper/molybdenum. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, Elsevier, v. 13, n. 6, p. 329–350, 1965.
- KERNI, L.; SINGH, S.; PATNAIK, A.; KUMAR, N. A review on natural fiber reinforced composites. **Materials Today: Proceedings**, Elsevier, v. 28, p. 1616–1621, 2020.
- KRETSCHMANN, D. E.; ALDEN, H. A.; VERRILL, S. *et al.* Variations of microfibril angle in loblolly pine: Comparison of iodine crystallization and x-ray diffraction techniques. **Microfibril angle in wood. New Zealand: University of Canterbury**, p. 157–176, 1998.
- KUMAR, S.; SAMAL, S. K.; MOHANTY, S.; NAYAK, S. K. Curing kinetics of bio-based epoxy resin-toughened dgeba epoxy resin blend: synthesis and characterization. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, Springer, v. 137, p. 1567–1578, 2019.
- LI, Z.; ZHANG, X.; FA, C.; ZHANG, Y.; XIONG, J.; CHEN, H. Investigation on characteristics and properties of bagasse fibers: Performances of asphalt mixtures with bagasse fibers. **Construction and Building Materials**, Elsevier, v. 248, p. 118648, 2020.
- LIMA, R. N.; PAIXÃO, R. L.; MARQUES, R. B.; MALVEIRA, J. Q.; FURTINI, J. A. O.; RIOS, M. Investigation of the potential of the carnauba stalk and of the carnauba's straw to use as biofuel. **Matéria**, SciELO Brasil, v. 24, p. 1–12, 2019.
- LOTFI, A.; LI, H.; DAO, D. V.; PRUSTY, G. Natural fiber-reinforced composites: A review on material, manufacturing, and machinability. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 34, n. 2, p. 238–284, 2021.
- LUZ, F. S. d.; JUNIOR, E. P. L.; LOURO, L. H. L.; MONTEIRO, S. N. Ballistic test of multilayered armor with intermediate epoxy composite reinforced with jute fabric. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 18, p. 170–177, 2015.
- LUZ, F. S. d.; MONTEIRO, S. N.; LIMA, E. S.; LIMA, É. P. Ballistic application of coir fiber reinforced epoxy composite in multilayered armor. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 20, p. 23–28, 2017.
- LUZ, F. S. d.; MONTEIRO, S. N.; TOMMASINI, F. J. Evaluation of dynamic mechanical properties of palm and coir fiber reinforcing epoxy composites. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 21, 2018.
- LUZ, F. S. da. **Avaliação das fibras de coco e palm como reforço de compósitos epoxídicos empregados em sistemas de blindagem multicamadas**. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2018.
- LUZ, F. S. da; FILHO, F. d. C. G.; DEMOSTHENES, L. C. da C.; OLIVEIRA, M. S.; COSTA, U. O.; BEZERRA, W. B. A.; PEREIRA, A. C.; MONTEIRO, S. N. Avaliação da absorção de energia do compósito de matriz epóxi reforçada com fibra de tucum por meio de impacto izod e impacto balístico de munição. 22. 2018.

- LUZ, F. S. da; RAMOS, F. J. H. T. V.; NASCIMENTO, L. F. C.; FIGUEIREDO, A. B.-H. da S.; MONTEIRO, S. N. Critical length and interfacial strength of palf and coir fiber incorporated in epoxy resin matrix. **Journal of Materials Research and Technology**, Elsevier, v. 7, n. 4, p. 528–534, 2018.
- LUZ, S.; TIO, J. D.; ROCHA, G.; GONÇALVES, A.; JR, A. D. Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, Elsevier, v. 39, n. 9, p. 1362–1369, 2008.
- MAHESHWARAN, M.; HYNES, N. R. J.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; SARAVANAKUMAR, S.; SANJAY, M. Characterization of natural cellulosic fiber from epipremnum aureum stem. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, v. 15, n. 6, p. 789–798, 2018.
- MAHIR, F. I.; KEYA, K. N.; SARKER, B.; NAHIUN, K. M.; KHAN, R. A. A brief review on natural fiber used as a replacement of synthetic fiber in polymer composites. **Materials Engineering Research**, v. 1, n. 2, p. 86–97, 2019.
- MALLICK, P. K. **Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design**. [S.l.]: CRC press, 2007.
- MANIMARAN, P.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; MURUGANANTHAN, K.; SANJAY, M. Physicochemical properties of new cellulosic fibers from azadirachta indica plant. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, v. 15, n. 1, p. 29–38, 2018.
- MANO, E. B. Introdução a polímeros. (**No Title**), 1999.
- MELO, E. C. R. d.; CAMILLO, M. d. O.; MARCELINO, P. R. C.; SILVA, R. Barbosa dos Santos da; FIRMINO, T. C.; OLIVEIRA, B. Ferreira de; PROFETI, D.; PEREIRA, A. C.; MONTEIRO, S. N.; OLIVEIRA, M. P. Influence of silanization treatment of sponge gourd (*luffa cylindrica*) fibers on the reinforcement of polyester composites: A brief report. **Polymers**, MDPI, v. 14, n. 16, p. 3311, 2022.
- MELO, J. D. D.; CARVALHO, L. F. M.; MEDEIROS, A. M.; SOUTO, C. R.; PASKOCIMAS, C. A. A biodegradable composite material based on polyhydroxybutyrate (phb) and carnauba fibers. **Composites Part B: Engineering**, Elsevier, v. 43, n. 7, p. 2827–2835, 2012.
- MENEZES, G. W.; MONTEIRO, S. N.; ALMEIDA, J. R. M. D.; NETO, H. d. S. N. Análise térmica da resina epóxi dgeba/teta para formulações diferentes da razão estequiométrica. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, ABM-Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 1, n. 1, p. 12–16, 2013.
- MOHANTY, A.; MISRA, M.; ; HINRICHSEN, G. Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. **Macromolecular materials and Engineering**, Wiley Online Library, v. 276, n. 1, p. 1–24, 2000.
- MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T. **Natural fibers, biopolymers, and biocomposites**. [S.l.]: CRC press, 2005.
- MOHANTY, S.; VERMA, S. K.; NAYAK, S. K. Dynamic mechanical and thermal properties of mape treated jute/hdpe composites. **Composites Science and Technology**, Elsevier, v. 66, n. 3-4, p. 538–547, 2006.

- MONTEIRO, S. N.; CALADO, V.; RODRIGUEZ, R. J. S.; MARGEM, F. M. Thermogravimetric behavior of natural fibers reinforced polymer composites—an overview. **Materials Science and Engineering: A**, Elsevier, v. 557, p. 17–28, 2012.
- MONTEIRO, S. N.; D'ALMEIDA, J. R. M. Ensaio de pullout em fibras lignocelulósicas: uma metodologia de análise. **Matéria (Rio de Janeiro)**, SciELO Brasil, v. 11, p. 189–196, 2006.
- MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; BARBOSA, A. P.; BEVITORI, A. B.; SILVA, I. L. A. D.; COSTA, L. L. D. Natural lignocellulosic fibers as engineering materials—an overview. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Springer, v. 42, p. 2963–2974, 2011.
- MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; FERREIRA, A. S.; NASCIMENTO, D. C. O. Natural-fiber polymer-matrix composites: cheaper, tougher, and environmentally friendly. **Jom**, Springer, v. 61, p. 17–22, 2009.
- MONTEIRO, S. N.; PEREIRA, A. C.; FERREIRA, C. L.; JÚNIOR, É. P.; WEBER, R. P.; ASSIS, F. S. d. Performance of plain woven jute fabric-reinforced polyester matrix composite in multilayered ballistic system. **Polymers**, MDPI, v. 10, n. 3, p. 230, 2018.
- MONTEIRO, S. N.; RODRIGUEZ, R. J. S.; LOPES, F. P. D.; SORES, B. G. Efeito da incorporação de fibras de coco no comportamento dinâmico-mecânico de compósitos com matriz poliéster. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, ABM- Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 5, n. 2, p. 111–115, 2013.
- MONTEIRO, S. N.; SATYANARAYANA, K.; FERREIRA, A.; NASCIMENTO, D.; LOPES, F.; SILVA, I.; BEVITORI, A.; INÁCIO, W.; NETO, J. B.; PORTELA, T. Selection of high strength natural fibers. **Matéria (Rio de Janeiro)**, SciELO Brasil, v. 15, p. 488–505, 2010.
- MONTGOMERY, D. C. **Introduction to statistical quality control**. [S.l.]: John Wiley & sons, 2019.
- MORAIS, J. P. S.; ROSA, M. d. F.; MARCONCINI, J. M. Procedimento para análise lignocelulósica. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2011., 2011.
- MORETTIN, P. A.; BUSSAB, W. O. **Estatística básica**. [S.l.]: Saraiva Educação SA, 2017.
- MORYE, S.; HINE, P.; DUCKETT, R.; CARR, D.; WARD, I. Modelling of the energy absorption by polymer composites upon ballistic impact. **Composites science and technology**, Elsevier, v. 60, n. 14, p. 2631–2642, 2000.
- MOURA, M. F. d. S. de; MORAIS, A. M. B. de; MAGALHÃES, A. G. de. **Materiais compósitos: materiais, fabrico e comportamento mecânico**. [S.l.: s.n.], 2005.
- MURALISHWARA, K.; FERNANDES, L.; KALKURA, R.; BANGERA, S. Effect of surface modified montmorillonite nanoclay on tensile and flexural properties of pineapple leaf fiber reinforced epoxy composite. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 26, p. e20220437, 2023.

- 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.
- NAGARAJAN, T.; BABU, A. S.; PALANIVELU, K.; NAYAK, S. Mechanical and thermal properties of palf reinforced epoxy composites. In: WILEY ONLINE LIBRARY. **Macromolecular Symposia**. [S.l.], 2016. v. 361, n. 1, p. 57–63.
- NASCIMENTO, L. F. C. **Caracterização do compósito de epóxi/fibra de malva para emprego em blindagem balística multicamada**. Tese (Tese de Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.
- NASCIMENTO, L. F. C.; LUZ, F. S. da; COSTA, U. O.; BRAGA, F. d. O.; JÚNIOR, É. P. L.; MONTEIRO, S. N. Curing kinetic parameters of epoxy composite reinforced with mallow fibers. **Materials**, MDPI, v. 12, n. 23, p. 3939, 2019.
- NATIONAL INSTITUTE OF JUSTICE. **NIJ 0101.06**: Ballistic resistance of personal body armor. [S.l.], 2008.
- NAVEEN, J.; JAWAID, M.; ZAINUDIN, E.; SULTAN, M. T.; YAHAYA, R.; MAJID, M. A. Thermal degradation and viscoelastic properties of kevlar/cocos nucifera sheath reinforced epoxy hybrid composites. **Composite Structures**, Elsevier, v. 219, p. 194–202, 2019.
- NAYAK, S. Y.; SULTAN, M. T. H.; SHENOY, S. B.; KINI, C. R.; SAMANT, R.; SHAH, A. U. M.; AMUTHAKKANNAN, P. Potential of natural fibers in composites for ballistic applications—a review. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, v. 19, n. 5, p. 1648–1658, 2022.
- NETO, F. L.; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**. [S.l.]: Editora Blucher, 2016.
- NETO, J.; QUEIROZ, H.; AGUIAR, R.; LIMA, R.; CAVALCANTI, D.; BANEJA, M. D. A review of recent advances in hybrid natural fiber reinforced polymer composites. **Journal of Renewable Materials**, Tech Science Press, v. 10, n. 3, p. 561, 2022.
- NEUBA, L. d. M.; JUNIO, R. F. P.; SOUZA, A. T.; RIBEIRO, M. P.; SILVEIRA, P. H. P. M. da; SILVA, T. T. da; PEREIRA, A. C.; MONTEIRO, S. N. Evaluation of the change in density with the diameter and thermal analysis of the seven-islands-sedge fiber. **Polymers**, MDPI, v. 14, n. 17, p. 3687, 2022.
- NEUBA, L. de M.; JUNIO, R. F. P.; RIBEIRO, M. P.; SOUZA, A. T.; LIMA, E. de S.; FILHO, F. d. C. G.; FIGUEIREDO, A. B.-H. d. S.; BRAGA, F. d. O.; AZEVEDO, A. R. G. d.; MONTEIRO, S. N. Promising mechanical, thermal, and ballistic properties of novel epoxy composites reinforced with cyperus malaccensis sedge fiber. **Polymers**, MDPI, v. 12, n. 8, p. 1776, 2020.
- NEVES, A. C. C.; ROHEN, L. A.; MANTOVANI, D. P.; CARVALHO, J. P.; VIEIRA, C. M. F.; LOPES, F. P.; SIMONASSI, N. T.; LUZ, F. S. da; MONTEIRO, S. N. Comparative mechanical properties between biocomposites of epoxy and polyester matrices reinforced by hemp fiber. **Journal of materials research and technology**, Elsevier, v. 9, n. 2, p. 1296–1304, 2020.

- NEVES, P. P. **Caracterização de compósitos poliméricos reforçados com fibra de abacaxi (palf) funcionalizados com óxido de grafeno para fins balísticos**. Rio de Janeiro: [s.n.], 2022.
- NEVES, P. P.; COSTA, U. O.; BEZERRA, W. B. A.; FIGUEIREDO, A. B.-H. d. S.; MONTEIRO, S. N.; NASCIMENTO, L. F. C. Dynamic and ballistic performance of uni- and bidirectional pineapple leaf fibers (palf)-reinforced epoxy composites functionalized with graphene oxide. **Polymers**, MDPI, v. 14, n. 16, p. 3249, 2022.
- NKAPLEWEH, A. D.; TENDO, J. F.; EBANDA, F. B.; NOAH, P. M. A.; MEWOLI, A. E.; STANISLAS, T. T. Physico-chemical and mechanical characterization of triumfetta pentandra bast fiber from the equatorial region of cameroon as a potential reinforcement of polymer composites. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, v. 19, n. 16, p. 13106–13119, 2022.
- NURAZZI, N.; ASYRAF, M.; RAYUNG, M.; NORRRAHIM, M.; SHAZLEEN, S.; RANI, M.; SHAFI, A.; AISYAH, H.; RADZI, M.; SABARUDDIN, F. *et al.* Thermogravimetric analysis properties of cellulosic natural fiber polymer composites: A review on influence of chemical treatments. **Polymers**, MDPI, v. 13, n. 16, p. 2710, 2021.
- O'CONNOR, P.; KLEYNER, A. **Practical reliability engineering**. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2012.
- OLIVEIRA, M. S.; LUZ, F. S. d.; SOUZA, A. T.; DEMOSTHENES, L. C. d. C.; PEREIRA, A. C.; FILHO, F. d. C. G.; BRAGA, F. d. O.; FIGUEIREDO, A. B.-H. d. S.; MONTEIRO, S. N. Tucum fiber from amazon *astrocaryum vulgare* palm tree: Novel reinforcement for polymer composites. **Polymers**, MDPI, v. 12, n. 10, p. 2259, 2020.
- ÖZPARPUCU, M.; GIERLINGER, N.; CESARINO, I.; BURGERT, I.; BOERJAN, W.; RÜGGERBERG, M. Significant influence of lignin on axial elastic modulus of poplar wood at low microfibril angles under wet conditions. **Journal of experimental botany**, Oxford University Press UK, v. 70, n. 15, p. 4039–4047, 2019.
- 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.
- PEREIRA, A. C.; ASSIS, F. S. d.; GARCIA, F. d. C.; OLIVEIRA, M. S.; LIMA, E. S.; LOPERA, H. A. C.; MONTEIRO, S. N. Evaluation of the projectile's loss of energy in polyester composite reinforced with fique fiber and fabric. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 22, 2019.
- PEREIRA, W. A.; CERON, I.; SILVA, M. S.; FREITAS, M. P. C. d.; SILVA, E. R. d.; COSTA, F. M. d. Development of polymeric composites reinforced with buriti leaf fiber. **Matéria (Rio de Janeiro)**, SciELO Brasil, v. 26, 2021.
- PETROUDY, S. D. Physical and mechanical properties of natural fibers. In: **Advanced high strength natural fibre composites in construction**. [S.l.]: Elsevier, 2017. p. 59–83.
- PINO, G. G. del; DÍAZ, F.; RIVERA, J. V.; KIELING, A.; TORRES, A. *et al.* Evaluation of composite materials with fiber of curauá pineapple (*ananas erectifolius*). **Review of Research Journal**, Review of Research Journal, v. 4, n. 5, 2015.

- PINTO, G. G. d.; KIELING, A. C.; NETO, J. C. d. M.; SANTOS, M. D. d.; SILVA-VALENZUELA, M. d. G. d.; DÍAZ, F. R. V. *et al.* Estudo da interação fibra-matriz em compósitos com fibras vegetais. **Scientia Amazonia**, v. 7, n. 3, 2018.
- PRASAD, S.; PAVITHRAN, C.; ROHATGI, P. Alkali treatment of coir fibres for coir-polyester composites. **Journal of materials science**, Springer, v. 18, p. 1443–1454, 1983.
- PUNT, W.; BOER, J. W. A palynological study in geonomoid palms. **Acta botanica neerlandica**, v. 15, n. 2, p. 266–275, 1966.
- QI, B.; ZHANG, Q.; BANNISTER, M.; MAI, Y.-W. Investigation of the mechanical properties of dgeba-based epoxy resin with nanoclay additives. **Composite structures**, Elsevier, v. 75, n. 1-4, p. 514–519, 2006.
- RAJAK, D. K.; PAGAR, D. D.; MENEZES, P. L.; LINUL, E. Fiber-reinforced polymer composites: Manufacturing, properties, and applications. **Polymers**, MDPI, v. 11, n. 10, p. 1667, 2019.
- RAJPUT, D.; KHOT, A. Functional aspect of eco-friendly banana fibre as textile. **Int J Home Sci**, v. 8, n. 3, p. 01–06, 2022.
- RAMACHANDRAN, M.; BANSAL, S.; RAICHURKAR, P. Scrutiny of jute fiber polylactic acid (pla) resin reinforced polymeric composite. **Journal of the Textile Association**, v. 76, n. 6, p. 372–375, 2016.
- RAMAMOORTHY, S. K.; SKRIFVAR, M.; PERSSON, A. A review of natural fibers used in biocomposites: Plant, animal and regenerated cellulose fibers. **Polymer reviews**, Taylor & Francis, v. 55, n. 1, p. 107–162, 2015.
- RAMESH, M. Kenaf (*hibiscus cannabinus* l.) fibre based bio-materials: A review on processing and properties. **Progress in Materials Science**, Elsevier, v. 78, p. 1–92, 2016.
- REIS, R. H. M.; CÂNDIDO, V. S.; NUNES, L. F.; MONTEIRO, S. N. Chemical and morphological characterization of guaruman fiber. In: SPRINGER. **Green Materials Engineering: An EPD Symposium in Honor of Sergio Monteiro**. [S.l.], 2019. p. 107–113.
- REIS, R. H. M.; NUNES, L. F.; OLIVEIRA, M. S.; JUNIOR, V. F. de V.; FILHO, F. D. C. G.; PINHEIRO, M. A.; CANDIDO, V. S.; MONTEIRO, S. N. Guaruman fiber: Another possible reinforcement in composites. **Journal of Materials Research and Technology**, Elsevier, v. 9, n. 1, p. 622–628, 2020.
- REZENDE, M. C. Fractografia de compósitos estruturais. **Polímeros**, SciELO Brasil, v. 17, p. E4–E11, 2007.
- RIBEIRO, M. P.; NEUBA, L. de M.; SILVEIRA, P. H. P. M. da; LUZ, F. S. da; FIGUEIREDO, A. B.-H. da S.; MONTEIRO, S. N.; MOREIRA, M. O. Mechanical, thermal and ballistic performance of epoxy composites reinforced with cannabis sativa hemp fabric. **Journal of materials research and technology**, Elsevier, v. 12, p. 221–233, 2021.
- RUDE, T.; JR, L. S.; RUHALA, L. Measurement of fiber density by helium pycnometry. **Journal of composite materials**, Sage Publications Sage CA: Thousand Oaks, CA, v. 34, n. 22, p. 1948–1958, 2000.

- SAFRI, S. N. A.; SULTAN, M. T. H.; JAWAID, M.; JAYAKRISHNA, K. Impact behaviour of hybrid composites for structural applications: A review. **Composites Part B: Engineering**, Elsevier, v. 133, p. 112–121, 2018.
- SANJAY, M.; MADHU, P.; JAWAID, M.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; SENTHIL, S.; PRADEEP, S. Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review. **Journal of Cleaner Production**, Elsevier, v. 172, p. 566–581, 2018.
- SARAVANAKUMAR, S.; KUMARAVEL, A.; NAGARAJAN, T.; SUDHAKAR, P.; BASKARAN, R. Characterization of a novel natural cellulosic fiber from prosopis juliflora bark. **Carbohydrate polymers**, Elsevier, v. 92, n. 2, p. 1928–1933, 2013.
- SARIKAYA, E.; ÇALLIOĞLU, H.; DEMIREL, H. Production of epoxy composites reinforced by different natural fibers and their mechanical properties. **Composites Part B: Engineering**, Elsevier, v. 167, p. 461–466, 2019.
- SATYANARAYANA, K.; GUIMARÃES, J.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of brazil. part i: Source, production, morphology, properties and applications. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, Elsevier, v. 38, n. 7, p. 1694–1709, 2007.
- SATYANARAYANA, K. G.; ARIZAGA, G. G.; WYPYCH, F. Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—an overview. **Progress in polymer science**, Elsevier, v. 34, n. 9, p. 982–1021, 2009.
- SATYANARAYANA, K. G.; MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; MARGEM, F. M.; SANTAFE, H. P. G.; COSTA, L. L. da. Dimensional analysis and surface morphology as selective criteria of lignocellulosic fibers as reinforcement in polymeric matrices. **Cellulose Fibers: Bio-and Nano-Polymer Composites: Green Chemistry and Technology**, Springer, p. 215–240, 2011.
- SEGAL, L.; CREELY, J. J.; JR, A. M.; CONRAD, C. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the x-ray diffractometer. **Textile research journal**, Sage Publications Sage CA: Thousand Oaks, CA, v. 29, n. 10, p. 786–794, 1959.
- ŞENGÜL, B.; TÜZÜN, F. Investigation and assessment of epoxy resin adhesives using fourier-transform infrared spectrometry. **Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**, Wiley Online Library, v. 54, n. 3, p. 345–358, 2023.
- SHAH, D. U. Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review. **Journal of materials science**, Springer, v. 48, n. 18, p. 6083–6107, 2013.
- SHARMA, H.; KUMAR, A.; RANA, S.; SAHOO, N. G.; JAMIL, M.; KUMAR, R.; SHARMA, S.; LI, C.; KUMAR, A.; ELDIN, S. M. *et al.* Critical review on advancements on the fiber-reinforced composites: Role of fiber/matrix modification on the performance of the fibrous composites. **Journal of Materials Research and Technology**, Elsevier, 2023.
- SHEKAR, H. S.; RAMACHANDRA, M. Green composites: a review. **Materials Today: Proceedings**, Elsevier, v. 5, n. 1, p. 2518–2526, 2018.

- SHYHA, I.; HUO, D. **Advances in Machining of Composite Materials**. [S.l.]: Springer, 2021.
- SILVA, I.; BARROS, J.; ALBUQUERQUE, A.; JAQUES, N.; FOOK, M.; WELLEN, R. Insights into the curing kinetics of epoxy/pla: Implications of the networking structure. **Express Polymer Letters**, v. 14, n. 12, 2020.
- SILVA, T. T. d.; SILVEIRA, P. H. P. M. d.; RIBEIRO, M. P.; LEMOS, M. F.; SILVA, A. P. da; MONTEIRO, S. N.; NASCIMENTO, L. F. C. Thermal and chemical characterization of kenaf fiber (*hibiscus cannabinus*) reinforced epoxy matrix composites. **Polymers**, MDPI, v. 13, n. 12, p. 2016, 2021.
- SILVA, T. T. da; SILVEIRA, P. H. P. M. d.; FIGUEIREDO, A. B.-H. d. S.; MONTEIRO, S. N.; RIBEIRO, M. P.; NEUBA, L. d. M.; SIMONASSI, N. T.; FILHO, F. d. C. G.; NASCIMENTO, L. F. C. Dynamic mechanical analysis and ballistic performance of kenaf fiber-reinforced epoxy composites. **Polymers**, MDPI, v. 14, n. 17, p. 3629, 2022.
- SIVIERO, A.; LIN, C. M.; SILVEIRA, M.; DALY, D. C.; WALLACE, R. H. **Etnobotânica e botânica econômica do Acre**. [S.l.]: Edufac, 2016.
- SOOD, M.; DWIVEDI, G. Effect of fiber treatment on flexural properties of natural fiber reinforced composites: A review. **Egyptian journal of petroleum**, Elsevier, v. 27, n. 4, p. 775–783, 2018.
- SOUZA, A. T.; JUNIO, R. F. P.; NEUBA, L. d. M.; CANDIDO, V. S.; SILVA, A. C. R. da; AZEVEDO, A. R. G. de; MONTEIRO, S. N.; NASCIMENTO, L. F. C. Caranan fiber from mauritiella armata palm tree as novel reinforcement for epoxy composites. **Polymers**, MDPI, v. 12, n. 9, p. 2037, 2020.
- SOUZA, A. T.; NEUBA, L. d. M.; JUNIO, R. F. P.; CARVALHO, M. T.; CANDIDO, V. S.; FIGUEIREDO, A. B.-H. d. S.; MONTEIRO, S. N.; NASCIMENTO, L. F. C.; SILVA, A. C. R. da. Ballistic properties and izod impact resistance of novel epoxy composites reinforced with caranan fiber (*mauritiella armata*). **Polymers**, MDPI, v. 14, n. 16, p. 3348, 2022.
- SPINACÉ, M. A.; LAMBERT, C. S.; FERMOSELLI, K. K.; PAOLI, M.-A. D. Characterization of lignocellulosic curaua fibres. **Carbohydrate Polymers**, Elsevier, v. 77, n. 1, p. 47–53, 2009.
- SUTHENTHIRAVEERAPPA, V.; GOPALAN, V. Elastic constants of tapered laminated woven jute/epoxy and woven aloe/epoxy composites under the influence of porosity. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 36, n. 19, p. 1453–1469, 2017.
- SZOLNOKI, B.; BOCZ, K.; SOTI, P. L.; BODZAY, B.; ZIMONYI, E.; TOLDY, A.; MORLIN, B.; BUJNOWICZ, K.; WLADYKA-PRZYBYLAK, M.; MAROSI, G. Development of natural fibre reinforced flame retarded epoxy resin composites. **Polymer Degradation and Stability**, Elsevier, v. 119, p. 68–76, 2015.
- 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.

- TITA, S. P.; PAIVA, J. M. de; FROLLINI, E. Resistência ao impacto e outras propriedades de compósitos lignocelulósicos: matrizes termofixas fenólicas reforçadas com fibras de bagaço de cana-de-açúcar. **Polímeros**, SciELO Brasil, v. 12, p. 228–239, 2002.
- TRUONG, M.; ZHONG, W.; BOYKO, S.; ALCOCK, M. A comparative study on natural fibre density measurement. **The journal of the Textile Institute**, Taylor & Francis, v. 100, n. 6, p. 525–529, 2009.
- VIJAY, R.; DHILIP, J. D. J.; GOWTHAM, S.; HARIKRISHNAN, S.; CHANDRU, B.; AMARNATH, M.; KHAN, A. Characterization of natural cellulose fiber from the barks of *vachellia farnesiana*. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, v. 19, n. 4, p. 1343–1352, 2022.
- VINOD, A.; SANJAY, M.; SIENGCHIN, S. Fatigue and thermo-mechanical properties of chemically treated morinda citrifolia fiber-reinforced bio-epoxy composite: a sustainable green material for cleaner production. **Journal of Cleaner Production**, Elsevier, v. 326, p. 129411, 2021.
- WANG, C.; WANG, N.; LIU, S.; ZHANG, H.; ZHI, Z. *et al.* Investigation of microfibril angle of flax fibers using x-ray diffraction and scanning electron microscopy. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, 2018.
- WANG, L.; KANESALINGAM, S.; NAYAK, R.; PADHYE, R. Recent trends in ballistic protection. **Textiles and Light Industrial Science and Technology**, Science and Engineering Publishing, v. 3, p. 37–47, 2014.
- YAO, F.; WU, Q.; LEI, Y.; GUO, W.; XU, Y. Thermal decomposition kinetics of natural fibers: activation energy with dynamic thermogravimetric analysis. **Polymer Degradation and Stability**, Elsevier, v. 93, n. 1, p. 90–98, 2008.
- YOGANANDAM, K.; GANESHAN, P.; NAGARAJAGANESH, B.; RAJA, K. Characterization studies on calotropis procera fibers and their performance as reinforcements in epoxy matrix. **Journal of Natural Fibers**, Taylor & Francis, 2019.
- YUSOFF, R. B.; TAKAGI, H.; NAKAGAITO, A. N. Tensile and flexural properties of polylactic acid-based hybrid green composites reinforced by kenaf, bamboo and coir fibers. **Industrial crops and products**, Elsevier, v. 94, p. 562–573, 2016.
- ZHUANG, J.; LI, M.; PU, Y.; RAGAUSKAS, A. J.; YOO, C. G. Observation of potential contaminants in processed biomass using fourier transform infrared spectroscopy. **Applied Sciences**, Mdpi, v. 10, n. 12, p. 4345, 2020.
- ZIN, M.; ABDAN, K.; MAZLAN, N.; ZAINUDIN, E.; LIEW, K. The effects of alkali treatment on the mechanical and chemical properties of pineapple leaf fibres (palf) and adhesion to epoxy resin. In: IOP PUBLISHING. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**. [S.l.], 2018. v. 368, p. 012035.