

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

**NOAN TONINI SIMONASSI**

**COMPÓSITOS DE ALTO DESEMPENHO DE MATRIZ EPÓXI  
REFORÇADA COM FIBRAS NATURAIS DE CURAUÁ:  
CARACTERIZAÇÃO E ESTUDO DE PARÂMETROS DE  
PROCESSAMENTO**

**Rio de Janeiro**

**2019**

NOAN TONINI SIMONASSI

COMPÓSITOS DE ALTO DESEMPENHO DE MATRIZ EPÓXI  
REFORÇADA COM FIBRAS NATURAIS DE CURAUÁ:  
CARACTERIZAÇÃO E ESTUDO DE PARÂMETROS DE  
PROCESSAMENTO

Tese de Doutorado 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: Prof. Sérgio Neves Monteiro – Ph.D.

Rio de Janeiro  
2019

©2019

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, microfilmар 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).

Simonassi, Noan Tonini

Compósitos de alto desempenho de matriz epóxi reforçada com fibras naturais de curauá: caracterização e estudo de parâmetros de processamento / Noan Tonini Simonassi. Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2019.

102 f.:

Tese (doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2019.

1. Fibras Naturais. 2. Compósitos Poliméricos. 3. Epóxi. 4. Alto Desempenho. 5. Curauá. I. Monteiro, Sérgio Neves, orient. II. Título

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

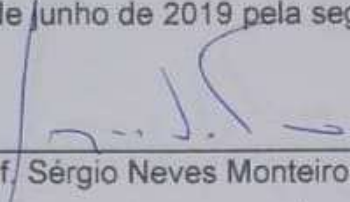
NOAN TONINI SIMONASSI

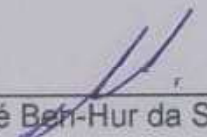
COMPÓSITOS DE ALTO DESEMPENHO DE MATRIZ EPÓXI REFORÇADA COM  
FIBRAS NATURAIS DE CURAUÁ: CARACTERIZAÇÃO E ESTUDO DE  
PARÂMETROS DE PROCESSAMENTO

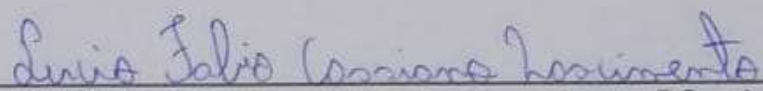
Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos  
Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do  
título de Doutor em Ciências em Ciência dos Materiais.

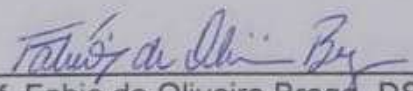
Orientador: Prof. Sérgio Neves Monteiro – Ph.D. do IME

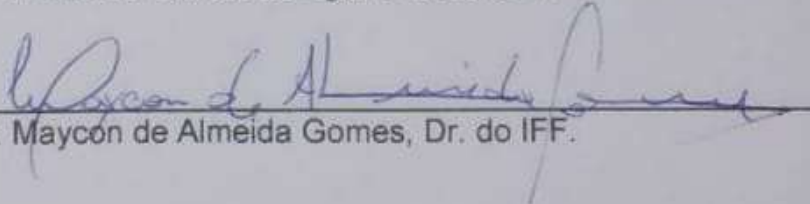
Aprovada em 01 de junho de 2019 pela seguinte Banca Examinadora:

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Sérgio Neves Monteiro, Ph.D. do IME – Presidente

  
\_\_\_\_\_  
Prof. André Ben-Hur da Silva Figueiredo, DSc. do IME

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Lucio Fabio Cassiano Nascimento, DSc. do IME.

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Fabio de Oliveira Braga, DSc da UFF.

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Maycon de Almeida Gomes, Dr. do IFF.

Rio de Janeiro  
2019

## DEDICATÓRIA

Este trabalho é dedicado aos meus avós: Fioravante Tonini (*In Memoriam*), Anita Catarina Mariani Tonini (*In Memoriam*), Hermes Simonassi (*In Memoriam*) e Isaura Borges Simonassi, meus exemplos de vida.

## **AGRADECIMENTOS**

A conclusão deste trabalho só foi possível devido a ajuda de forma direta ou indireta de diversos indivíduos. Sou extremamente grato a todas as pessoas que conheci e convivi nesses anos.

À minha mãe Eliana, meu padrasto Maxuel, meu pai Antônio, meu irmão Alano, minha cunhada Renata e minha irmã Vitória. O apoio de todos vocês tornou possível suportar a saudade nesses anos afastados não só para a conclusão do doutorado. Amo muito vocês.

Aos meus primos Lorenzo, Mariana, Laira, Juliano, Eduardo, Marcela, Vitor, Bianca, Alice, Caroline, Daniel e Gabriel e meus tios Darly (in memoriam), Marlene, Ana, Luiz e Rita (in memoriam) pela presença quando necessário. Muito obrigado pelos momentos felizes, a apoio e as recordações que serão guardadas pelo resto da vida.

À minha amada Mariane, companheira que pretendo guardar pelo resto da vida, e toda sua família por ter me recebido com todo carinho e boa vontade.

Ao meu orientador, professor, conselheiro e amigo Sérgio Neves Monteiro, por todo o suporte que possibilitou a conclusão deste trabalho, pelos sábios conselhos motivacionais e pela cobrança incessável de um trabalho de qualidade.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do IME, por serem excelentes profissionais que trabalham em benefício da educação brasileira.

Aos demais colegas do IME, dentre eles: Eustáquio, Letícia, Artur, Foluke, Flávio, Wendell, Fernanda, Lucio, Flavio, Michele, Anderson, Édio, Fabio Braga, Fábio Garcia, Luana, Ulisses e Raphael pela ajuda e pelos bons momentos de convívio.

Ao corpo de colaboradores do Laboratório de Ensaio não Destrutivos, Corrosão e Soldagem da Universidade Federal do Rio de Janeiro (LNDC/UFRJ) pela disponibilidade e boa vontade na realização dos trabalhos.

Muito obrigado!

## RESUMO

Encontradas na natureza, em grande abundância, as fibras naturais são conhecidas e utilizadas pela humanidade desde os primórdios da civilização na confecção de itens simples de uso cotidiano. Como o avanço tecnológico fibras naturais perderam espaço para as fibras sintéticas em áreas da economia tradicionalmente ocupados por estas, como o setor têxtil. Entretanto, com a chegada do século XXI e o surgimento de ideais como o desenvolvimento sustentável e a preocupação com o meio ambiente, a comunidade científica tem buscado novas fontes de energia e matérias primas ecologicamente amigáveis. Dessa maneira, as fibras naturais, em especial as fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) extraídas de plantas estão sendo redescobertas e estudadas para o uso, especialmente, como reforço em compósitos de matriz polimérica. Assim, este trabalho foi desenvolvido com o objetivo de estudar a influência de alguns dos parâmetros de processamentos no comportamento de resistência a tração de compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de curauá a fim de se obter materiais compósitos de alto desempenho. Os resultados mostram que com a alteração dos parâmetros de processamento é possível se variar a resistência a tração de 69,5 MPa para 352,7 MPa. O uso da pressão durante a cura possibilitou a melhoria na interface das fases do compósito resultando em materiais com grande resistência a tração e uma baixa dispersão dos resultados. Dos parâmetros estudados, os que apresentaram uma relevância final maior foram o tempo e a temperatura de secagem das fibras ocasionando uma diferença de 250% entre os maiores e menores resultados. Ainda, o uso de fibras selecionadas como finas possibilitou à resistência a tração dos compósitos alcançar os 352,7 MPa, resultado que representa o maior valor de resistência a tração para compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras e curauá. As análises da superfície de fratura por técnicas de microscopia eletrônica de varredura foram utilizadas como ferramentas para justificar os resultados obtidos e mostraram que o método de separação do diâmetro das fibras é eficaz e ocorre a melhoria da interface com o uso da pressão.

**Palavras-chave:** Fibras Naturais; Compósitos Poliméricos; Epóxi; Alto Desempenho; Curauá;

## ABSTRACT

Found in nature, in great abundance, natural fibers have been known and used by humanity since the dawn of civilization in the making of simple items for everyday use. With technological advancement, natural fibers have lost space to synthetic fibers in areas of economics traditionally occupied by the first, such as the textile industry. However, with the coming of the 21st century and the emergence of ideas such as sustainable development and concern for the environment, the scientific community has sought new energy sources and environmentally friendly raw materials. In this way, the natural fibers, especially the natural lignocellulosic fibers (NLFs) extracted from plants are being rediscovered and studied for the use, especially, as reinforcement in composites of polymeric matrix. Thus, this work was developed to study the influence of some of the processing parameters on the tensile strength behavior of epoxy matrix composites reinforced with curaua fibers in order to obtain high-performance composite materials. The results show that by changing the processing parameters it is possible to vary the tensile strength from 69.5 MPa up to 352.7 MPa. The use of pressure during curing enabled the improvement of the interface of the composite phases resulting in materials with high tensile strength and low dispersion of results. The time and temperature of the drying process of the fibers are examples of the studied parameters that presented a greater final relevance and they are responsible for a 250% increase in tensile strength between the higher and lower results. Moreover, the use of selected thin fibers allowed the tensile strength of the composites to reach 352.7 MPa, a result that represents the highest tensile strength value for polymer matrix composites reinforced with curaua fibers. Fracture surface analyzes using scanning electron microscopy techniques were used as a mean to justify the obtained results and showed that the fiber diameter-based selection method is effective and that interface improvement with the use of pressure occurs.

**Keywords:** Natural Fibers; Polymer composites; Epoxy; High performance; Curaua;



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 3.1 Classificação dos compósitos. ....	25
Figura 3.2 Função de distribuição de Weibull para a resistência à tração de compósitos de matriz poliéster reforçados com diferentes tipos de fibra de curauá. ....	28
Figura 3.3 Número de publicações sobre fibras naturais e compósitos reforçados por fibras naturais por ano.....	30
Figura 3.4 Estrutura da cadeia de celulose.....	31
Figura 3.5 Estrutura da cadeia de Lignina.....	31
Figura 3.6 Estrutura das fibras lignocelulósicas. ....	32
Figura 3.7 Dispersão das microfibrilas na matriz de hemicelulose/Lignina. ....	32
Figura 3.8 Resistência a tração média em função do diâmetro médio destas de fibras de sisal (a), juta (b), piaçava (c) e rami (d).....	35
Figura 3.9 Plantação familiar de curauá (a) e plantação sintrópica de curauá juntamente com paricá (b).....	36
Figura 3.10 Cultivo do curauá. Plantio (a) e plantação formada (b). ....	37
Figura 3.11 Folhas e fibras de curauá e luminárias feitas a partir da fibra do curauá. ....	37
Figura 3.12 Processo de moagem (a) e as fibras processadas (b).....	38
Figura 3.13 Fibras postas para secar em estufa. ....	39
Figura 3.14 Histograma da distribuição de fibras pelo diâmetro médio.....	40
Figura 3.15 Cadeia de repetição do diglicidil éter de bisfenol A.....	42
Figura 3.16 Gráficos de tortas para artigos publicados relacionados ao termo “curauá” (a) e artigos relacionados ao termo compósitos reforçados por fibras de curauá (b). ....	47
Figura 4.1 Os cachos da fibra como fornecidos (a) processo de escovação (b), separação manual (c) e fibras cortadas no tamanho do molde (d). ....	55
Figura 4.2 Prensa hidráulica Skay.....	59
Figura 4.3 Corpos de prova de tração (a) e dimensões de norma do corpo de prova (b).....	61
Figura 4.4 Ferramenta desmontada (a) e as peças que a compõem: topo (em vista invertida) (b), meio (c) e base (d). ....	61

Figura 4.5 Base (a) e topo (b) do molde utilizado para a confecção das placas para os corpos de prova da norma ASTM D 3039/D 3039M.....	62
Figura 4.6 Molde em utilização para confecção de placas de compósitos.....	63
Figura 4.7 Corpo de prova preso à máquina pronto para o ensaio.....	68
Figura 4.8 Gráfico de resultados típicos dos ensaios de tração.....	69
Figura 4.9 Microscópio Eletrônico de Varredura FEI Quanta FEG 250.....	70
Figura 5.1 Curvas de resistência a tração versus tempo de secagem em estufa de fibras em diferentes temperaturas.....	72
Figura 5.2 Curvas de resistência a tração versus tempo de pós-cura para epóxi submetido a diferentes temperaturas de pós-cura.....	75
Figura 5.3 Resistência a tração dos compósitos em função da fração volumétrica de fibras.....	77
Figura 5.4 Corte de secção transversal em sentido perpendicular à orientação das fibras de compósito reforçado com 80% em fração volumétrica de FA.....	79
Figura 5.5 Curvas de densidade de probabilidade de ocorrência de resistência a tração para compósitos reforçados com fibras de curauá.....	81
Figura 5.6 Superfície de fratura de um compósito de matriz epóxi reforçada com 80% em fração volumétrica de fibras finas de curauá.....	82
Figura 5.7 Aspecto macroscópico da fratura dos corpos de prova reforçados com 80% em fração volumétrica de fibras finas de curauá.....	83
Figura 5.8 Fotomicrografia de região próxima à superfície de fratura mostrando o descolamento do compósito.....	84
Figura 5.9 Fibras de curauá sendo alinhadas dentro do molde enquanto a mesa vibratória faz a remoção de gases do interior do polímero.....	85
Figura 5.10 Curvas de densidade de probabilidade de ocorrência da resistência a tração de compósitos de matriz epóxi reforçada com FFs e FAs de curauá.....	87
Figura 5.11 Fotomicrografia da superfície de fratura indicando microfibrilas, as marcas da fibra de curauá deixadas na matriz e as marcas de propagação de trincas dos compósitos reforçados com 80% em fração volumétrica de FAs de curauá.....	88
Figura 5.12 Fotomicrografia da superfície de fratura para compósitos de matriz epóxi reforçada em 80% de fração volumétrica com FFs para menor (a) e maior (b) aumento.....	89

Figura 5.13 Fotomicrografia da superfície de fratura para compósitos de matriz epóxi reforçada em 80% de fração volumétrica com FFs. ....	90
Figura 5.14 Aspecto macroscópico da fratura dos compósitos reforçados com 80% em fração volumétrica de fibras de curauá. ....	90

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1 Compósitos utilizados até da década de 1960 com reforço à base de fibras naturais lignocelulósicas.....	19
Tabela 3.1 Propriedades das FNLs em comparação com fibras sintéticas.....	33
Tabela 3.2 Frequência de ocorrência de fibra de curauá por intervalo de diâmetro/diâmetro médio.....	39
Tabela 3.3 Variação da densidade da fibra de curauá com o intervalo de diâmetro.	40
Tabela 3.4 Variação do módulo de elasticidade da fibra de curauá com o intervalo de diâmetro. ....	41
Tabela 3.5 Variação da resistência a tração da fibra de curauá com o intervalo de diâmetro. ....	41
Tabela 3.6 Valores de resistência à tração de compósitos reforçados com várias FNL para diferentes matrizes e frações de fibra. ....	44
Tabela 3.7 Número de artigos publicados sobre fibra de curauá ou seus compósitos. ....	46
Tabela 3.8 Artigos publicados sobre compósitos de matrizes poliméricas reforçadas por fibras de curauá.....	47
Tabela 3.9 Dados de resistência a tração de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de curauá.....	50
Tabela 4.1 Configuração de confecção dos corpos de prova para definição de tempo e temperaturas máximas de permanência das fibras na estufa. ....	64
Tabela 4.2 Configuração de confecção dos corpos de prova para definição de tempo e temperaturas de pós-cura do polímero. ....	65
Tabela 4.3 Valores de ensaio de um corpo compósito reforçado com 60% de fibras finas de curauá.....	69
Tabela 5.1 Resistência a tração de compósitos reforçados por fibras de curauá secas em diferentes tempos e temperaturas em estufa. ....	71
Tabela 5.2 Equações de comportamento da resistência a tração obtidas a partir de regressão linear e polinomial para compósitos reforçados por fibras de curauá secas em diferentes tempos e temperaturas em estufa. ....	72
Tabela 5.3 Resistência a tração para epóxi (DGEBA) curados com 13% em fração mássica de iniciador (TETA) submetidos a diferentes tratamentos de pós-cura.....	74

Tabela 5.4 Variação da resistência a tração dos compósitos em função da fração volumétrica das fibras. ....	76
Tabela 5.5 Resistência a tração de compósitos reforçados com 80% em fração volumétrica (~90% em fração mássica) de FF de curauá. ....	80
Tabela 5.6 Resistência a tração de compósitos reforçados com fibras de curauá em ensaios segundo a norma ASTM D 3039/3039M. ....	86

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 3.1 Regra das misturas. ....	25
Equação 3.2 Regra das misturas em função da massa. ....	25
Equação 3.3 Função cumulativa de Weibull. ....	26
Equação 3.4 Função cumulativa de Weibull rearranjada. ....	28
Equação 3.5 Densidade da fibra de curauá em função do diâmetro médio. ....	41
Equação 3.6 Módulo de elasticidade da fibra de curauá em função do diâmetro médio. .....	41
Equação 3.7 Resistência a tração da fibra de curauá em função do diâmetro médio. .....	41
Equação 4.1 Cálculo de massa de fibra para dada fração volumétrica. ....	58
Equação 5.1 Regressão linear da resistência a tração em função do tempo dos compósitos com as fibras secas à 60 °C. ....	72
Equação 5.2 Regressão polinomial da resistência a tração em função do tempo dos compósitos com as fibras secas à 60 °C. ....	72
Equação 5.3 Regressão linear da resistência a tração em função do tempo dos compósitos com as fibras secas à 100 °C. ....	72
Equação 5.4 Regressão polinomial da resistência a tração em função do tempo dos compósitos com as fibras secas à 100 °C. ....	72
Equação 5.5 Regressão linear da resistência a tração em função do tempo dos compósitos com as fibras secas à 140 °C. ....	72
Equação 5.6 Regressão polinomial da resistência a tração em função do tempo dos compósitos com as fibras secas à 140 °C. ....	72
Equação 5.7 Regra das misturas em função da densidade e das massas. ....	78

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

### ABREVIATURAS

DGEBA	-	Diglicidil de bisfenol A
FA(s)	-	Fibra(s) de diâmetro aleatório.
FF(s)	-	Fibra(s) fina(s).
FNL(s)	-	Fibra(s) Natural(is) Lignocelulósica(s).
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura.
TETA	-	Trietilenotetramina

### SÍMBOLOS

% Mas.	-	Fração mássica de fibra.
% Vol.	-	Fração volumétrica de fibra.
E	-	Módulo de Elasticidade.
GPa	-	Gigapascal ( $\times 10^9$ Pa).
H	-	Hora
kg	-	Quilograma
mm/min	-	Milímetro por minuto.
MPa	-	Megapascal ( $\times 10^6$ Pa).
N	-	Newton.
°C	-	Graus Célsius.
Pa	-	Pascal.
Pc	-	Propriedade do compósito
S	-	Segundo.

- V - Volume
- B - Módulo de Weibull.
- $\Theta$  - Unidade Característica de Weibull.
- $\rho$  - Densidade.
- $\sigma$  - Resistência a tração.



## **LISTA DE SIGLAS**

- ASTM - American Society for Testing and Materials.
- BNDES - Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico e Social.
- COPPE - Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia.
- IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística.
- IME Instituto Militar de Engenharia
- LNDC - Laboratório de Ensaios não Destrutivos, Corrosão e Soldagem.
- UFRJ Universidade Federal do Norte Fluminense

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>18</b>
<b>2 OBJETIVOS DE ESTUDO</b> .....	<b>22</b>
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>24</b>
3.1 Materiais Compósitos .....	24
3.2 Método Estatístico de Weibull.....	26
3.3 Fibras Naturais.....	28
3.3.1 Fibras Naturais Lignocelulósicas .....	29
3.3.2 Constituintes Principais das FNLs .....	31
3.3.3 Estrutura das FNLs .....	31
3.3.4 Propriedades Mecânicas das FNLs .....	33
3.4 O Curauá .....	35
3.4.1 A extração das fibras do curauá. ....	38
3.4.2 A fibra de curauá.....	39
3.5 Resinas Poliméricas .....	42
3.5.1 O epóxi .....	42
3.6 Compósitos reforçados com FNLs.....	43
3.6.1 Interação Fibra Matriz. ....	45
3.7 Compósitos reforçados por fibras de curauá. ....	46
3.8 Estado da Arte: Resistência a Tração de Polímeros Reforçados por Fibra de Curauá .....	48
3.8.1 Evolução dos Trabalhos Realizados com Compósitos Reforçados por Fibras de Curauá no Grupo de Compósitos Reforçados por Fibras Naturais.....	51
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>54</b>
4.1 Fibras de Curauá .....	54
4.1.1 Separação da Fibra de Curauá em Função do Diâmetro .....	55
4.2 A Resina Utilizada.....	57
4.3 Os Compósitos .....	57
4.3.1 Preparação dos Compósitos.....	57
4.3.2 Molde ASTM D638 (ASTM. 2010a) .....	59
4.3.3 Molde ASTM D 3039/D 3039M (ASTM, 2010b).....	62
4.4 Parâmetros de Processamento.....	63
4.4.1 Tempo e Temperatura Máxima de Permanência das Fibras na Estufa .....	64
4.4.2 Pós-cura dos Compósitos .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
4.4.3 Fração Volumétrica de Fibras .....	66
4.4.4 Diferença no uso de Fibras Finas e Fibras Aleatórias .....	67
4.4.5 Vibração Durante a Cura do Polímero e Mudança de Norma Adotada .....	67
4.5 Ensaio de Tração .....	68
4.6 Análise das Superfícies de Fratura e dos Resultados .....	69
4.7 Análise Estatística.....	70
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	<b>54</b>
5.1 Tempo e Temperatura Máxima de Permanência das Fibras na Estufa .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
5.2 Pós-cura dos Compósitos .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>

5.3 Fração Volumétrica de Fibras .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
5.4 Diferença no uso de Fibras Finas e Fibras Aleatórias .....	80
5.5 Vibração Durante a Cura do Polímero e Mudança de Norma Adotada .....	84
5.5.1 A vibração durante a Cura do Polímero.....	84
5.5.2 Corpos de Prova Baseados na Norma ASTM D3039/3039M .....	85
5.6 Considerações finais.....	91
<b>6 CONCLUSÕES.....</b>	<b>93</b>
<b>7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>95</b>
<b>8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>96</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Encontradas na natureza, em grande abundância, as fibras naturais são conhecidas e utilizadas pela humanidade desde os primórdios da civilização. Fibras naturais, em geral, não exigem sofisticado grau de processamento para serem extraídas. Essa facilidade tecnológica aliada a abundância, justifica o uso desses materiais como matérias primas na manufatura de itens simples como cordas, vestuário, redes de pesca, cestos ou ainda como reforço em tijolos crus de argila para a construção civil, o que tem ocorrido por gerações.

Os primeiros usos de fibras naturais como reforço em compósitos foram, provavelmente a confecção de tijolos de argila reforçadas com grama e palha utilizados em estruturas desde as primeiras civilizações. Por volta de 1500 a.c., egípcios e mesopotâmios misturavam palha juntamente com a lama que era seca ao sol. Por fim, os tijolos eram utilizados em diversos tipos de estruturas. Ainda, fibras naturais misturadas a alcatrão ou resinas extraídas de árvores foram utilizadas como selante na união entre madeiras de barris e cascos de navios desde tempos bíblicos. Entre o século I e final do século XIX, a impermeabilização de prédios e tetos era feita com betume reforçado com juta ou palha (Güven *et al.*, 2016).

O contínuo avanço tecnológico levou ao desenvolvimento e comercialização dos primeiros polímeros. Já em 1908, papel e algodão foram adicionados a polímeros fenol-formaldeído e melamina-formaldeído resultando em compósitos que foram utilizados na fabricação de dutos e placas. Mais recentemente, na década de 1960, fibras de coco eram inseridas em borracha natural como o látex na fabricação de bancos para a indústria automobilística (Güven *et al.*, 2016). A TAB. 1.1 (Güven *et al.*, 2016) mostra alguns exemplos das aplicações conhecidas desde a antiguidade até o final do século XX para compósitos reforçados com fibras naturais.

Tabela 1.1 Compósitos utilizados até da década de 1960 com reforço à base de fibras naturais lignocelulósicas.

<b>Data</b>	<b>Produto</b>	<b>Matriz</b>	<b>Reforço</b>
~1500 a.C.	Tijolos de barro (Egito e Mesopotâmia)	Argila	Gramma e Palha
Tempos Bíblicos	Impermeabilizante para barcos de madeira (império romano e além)	Piche, alcatrão, betume e resinas de plantas	Fibras Naturais
~1200 d.C.	Arco de caça (Mongólia)	Osso e cola animal	Madeira
Meio/final do século XIX	Impermeabilizante para tetos	Betume	Juta e Palha
1908	Placas, tubos e encaamentos	fenol-formaldeído e melamina-formaldeído	Algodão e Papel
1960	Bancos da indústria automobilística	Borracha	Fibras de coco
1960	Interior do carro	Polipropileno	Madeira

Com o avanço tecnológico, especialmente desde meados do século XX, o desenvolvimento de novos materiais fez com que as fibras naturais perdessem mercado para fibras sintéticas. A falta de consciência ambiental, aliado a uma crescente demanda agravou ainda mais a situação de mercados, até então, tradicionalmente ocupados pelas fibras naturais.

Já ao final do século XX, entretanto, novos paradigmas, como o desenvolvimento sustentável, e a crescente preocupação com o impacto ambiental provocado pela sociedade moderna, tornou a procura por fontes renováveis de energia e matérias primas algo ético e economicamente desejável. Nesse intuito, pesquisadores começaram a estudar a possibilidade do uso de fibras naturais como materiais de engenharia. Em 1999, Bledzki e Gassan (1999) publicaram um artigo de revisão sobre o assunto, onde apresentavam propriedades e vantagens técnicas das fibras naturais como matérias primas na confecção de materiais compósitos.

Quase duas décadas depois as fibras naturais vêm sendo redescobertas e uma enorme quantidade de publicações investigando o potencial de uso de diversas fibras naturais, em especial as fibras naturais lignocelulósicas (FNLs) extraídas de plantas, tais como: juta, sisal, coco, algodão, cânhamo, rami, bambu, curauá entre muitas outras, em setores tradicionalmente ocupados por fibras sintéticas. (Crocker, 2008;

Faruk *et al.* 2012; Güven *et al.*, 2016; John e Thomas, 2008; Mohanty, Misra e Drzal, 2002; Monteiro *et al.* 2009; Monteiro *et al.*, 2011a; Nascimento, Lopes e Monteiro 2010; Netravali e Chabba, 2003; Pappu *et al.*, 2015; Sahed e Jong, 1999; Satyanarayana, Arizaga e Wypych, 2009; Thakur, Thakur e Gupta, 2014.)

No caso do Brasil, em 2015, a área cultivada do país era de 73 milhões de hectares, o que corresponde a 8,6% da extensão territorial segundo o IBGE (Brasil, 2016). Ainda assim, mesmo descontando a área total ocupada pela população juntamente com as reservas legais e as áreas impeditivas de cultivo, o Brasil ainda apresenta uma vasta extensão territorial cultivável sem que o fornecimento de alimentos sofra algum tipo de impacto. Além disso a baixa produção de fibras sintéticas devido à falta de patentes (BNDES, 2014) torna o Brasil refém de importações e, conseqüentemente, da flutuação de cambio externo, acarretando uma insegurança no custo deste tipo de material. Essa soma de fatores deixa o Brasil em uma situação favorável em se tornar um produtor de FNLs, e também de compósitos reforçados com estas fibras.

As FNLs são extraídas e processadas a baixo custo e apresentam vantagens técnicas, quando comparadas com as fibras sintéticas. Além disso, o cultivo e extração de uma espécie de FNL pode representar fonte de renda para vilas e pequenas aldeias que não possuem método alternativo de sustento. O uso destas como material nobre de engenharia pode levar a um benefício direto ainda maior para estas pessoas com a conseqüente agregação de valor do produto.

Contudo, o uso de FNLs como materiais de engenharia enfrenta desafios devido a algumas de suas propriedades, como a alta dispersão de resistência mecânica, sua baixa resistência a degradação por efeito de temperatura (Monteiro *et al.*, 2011a), o que limita o uso destes materiais. Ainda assim, compósitos reforçados com fibras naturais são utilizadas em diversos setores da economia, como na indústria automobilística (Holbery e Houston, 2006; Thomas *et al.*, 2011; Zah *et al.*, 2007) e mais recentemente investigadas como reforço em blindagens balísticas (Abidin *et al.*, 2013; Da Cruz *et al.*, 2015; Da Luz *et al.*, 2015; Monteiro *et al.*, 2015; Rohen *et al.*, 2015; Wambua *et al.*, 2007).

Dentre as diversas FNLs, se destaca a fibra extraída das folhas do curauá (*Ananas erectifolius*). Recebendo o mesmo nome que a planta, as fibras do curauá apresentam elevado desempenho mecânico o que justifica o estudo destas como reforço em

compósitos de matriz polimérica. Esse assunto serve de base para esta tese que propõe estudar compósitos de matriz epóxi reforçada com fibras de curauá.

Dentro desse panorama, a presente tese visa a confecção de compósitos de matriz epóxi de alto desempenho. Para tal, o estudo da influência de parâmetros de processamento determinados a partir de conhecimento prévio, tais como, pressão durante a cura do polímero, seleção do diâmetro das fibras de curauá, pós cura do compósito e secagem da fibra em estufa.

O estudo foi conduzido de forma sistemática a verificar a influência de cada parâmetro na resistência a tração do compósito de modo a se obter os maiores valores de resistência possível.

## 2 OBJETIVOS DE ESTUDO

O objetivo geral deste trabalho é estudar a influência de alguns dos parâmetros de processamentos na resistência a tração de compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de curauá, a fim de se obter materiais compósitos de alto desempenho mecânico. Parte do objetivo principal foi o de demonstrar que, as fibras de curauá tem um potencial significativo para a utilização como reforço em matriz epóxi. O resultado final esperado é o de se alcançar e superar os maiores resultados de resistência a tração até hoje publicados para esse tipo de material.

Os seguintes parâmetros de processamentos foram selecionados para verificação de sua influência no comportamento mecânico do compósito:

- Tempo e temperatura máxima de aquecimento, aos quais, a fibra deve permanecer em estufa, a fim de se retirar a umidade de superfície sem que haja perda de propriedade mecânica no compósito por degradação da mesma.
- Tempo e temperatura máxima de aquecimento, aos quais, os compósitos de matriz epóxi deverão ser expostos para a pós cura do material.
- Diâmetro das fibras em duas configurações, fibras com intervalo de diâmetro variando entre 0,05 e 0,08 mm e aleatórias, onde não há seleção de diâmetro.
- Frações máximas, a serem inseridas no compósito.
- Pressão durante a cura das resinas durante a confecção dos corpos de prova.

Além da influência dos parâmetros de processamento, análises de desempenho em comparação com resultados obtidos na literatura e da superfície de fratura também são parte do objetivo deste trabalho. Assim, os demais objetivos específicos desse trabalho são listados a seguir:

- A verificação da superfície de fratura a fim de se observar e se determinar os mecanismos de fratura do material e comparar com os mecanismos encontrados na literatura.
- Obtenção dos resultados de resistência a tração de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de curauá a fim de compará-los aos maiores valores encontrados na literatura.



Para cada um dos fatores estudados foram avaliados não só o ganho de desempenho, porém, a confiabilidade destes resultados.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Materiais Compósitos

Apesar de não haver uma definição completamente aceita sobre o que é um compósito, esta classe de materiais pode ser compreendida como um material composto por, ao menos, dois materiais, conhecidos como fases, pertencentes aos grandes grupos de materiais: cerâmicos, metálicos ou poliméricos. Com a união destas fases obtém-se um novo material compósito com propriedades únicas diferentes dos materiais originais. Essas fases devem possuir uma afinidade química minimamente favorável de modo a se formar uma interface coesa entre as fases. Dessa maneira, materiais compósitos podem ser criados e são utilizados mundialmente para sanar as mais variadas necessidades da engenharia. (Callister Jr. e Rethwisch, 2014).

Em um compósito sempre existirá uma fase contínua denominada “matriz”, onde são adicionadas as demais fases que são denominadas “reforço”. A fase reforço terá o papel de melhorar a propriedade de interesse que, normalmente é falha à matriz. Conforme mostrado na figura 3.1, adaptado de Callister Jr. e Rethwisch (2014), os compósitos podem ser classificados conforme a forma e orientação do reforço na matriz.

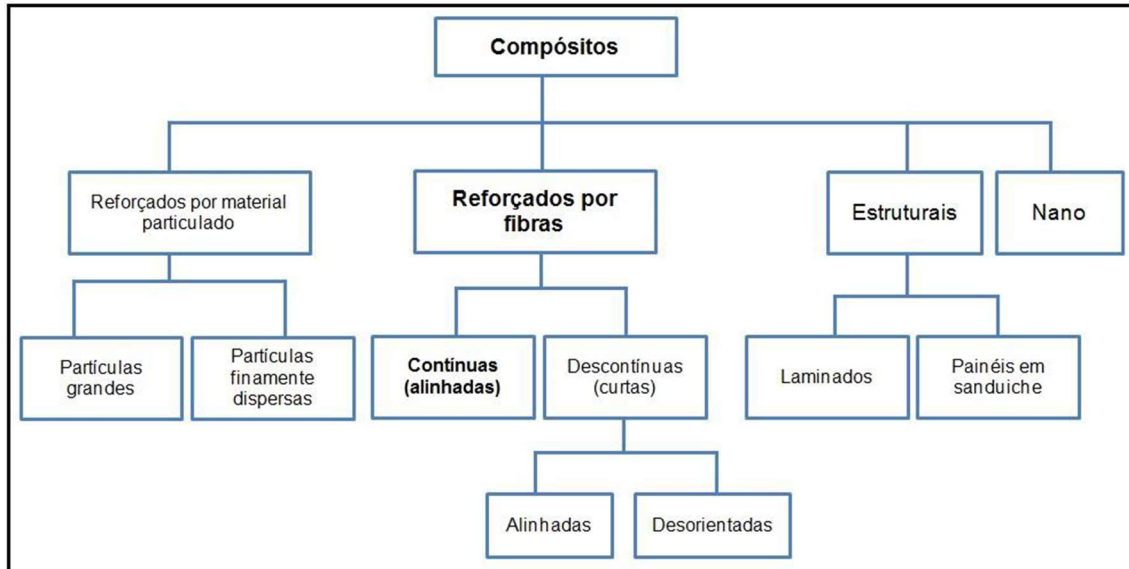


Figura 3.1 Classificação dos compósitos.

Normalmente, o estudo de materiais compósitos leva em consideração o uso da regra das misturas para previsão das propriedades dos compósitos. Ela é uma média ponderada da propriedade analisada em função da fração volumétrica da fase inserida. Assim, por exemplo, a densidade final de um compósito será a soma da densidade de cada fase isolada multiplicada pela fração volumétrica ao qual ocorre no compósito (Callister Jr. e Rethwisch, 2014). A equação 3.1 representa uma formulação geral para “n” fases de um compósito ao se analisar uma propriedade ( $P_c$ ) em função das frações volumétricas (%Vol.) das fases.

$$P_c = P_1 \%Vol._1 + P_2 \%Vol._2 + \dots + P_n \%Vol._n \quad \text{Equação (3.1)}$$

Considerando-se que a fração volumétrica de uma fase nada mais é do que a quantidade de volume ocupada pela dita fase em relação ao volume total do compósito, e também que o volume ( $V$ ) é uma função de massa ( $m$ ) e densidade ( $\rho$ ) ( $\rho = m/V \rightarrow V = m/\rho$ ), a regra das misturas pode ser reescrita, gerando a equação 3.2:

$$P_c = P_1 \frac{V_1}{V_c} + P_2 \frac{V_2}{V_c} + \dots + P_n \frac{V_n}{V_c} = P_1 \frac{\frac{m_1}{\rho_1}}{V_c} + P_2 \frac{\frac{m_2}{\rho_2}}{V_c} + \dots + P_n \frac{\frac{m_n}{\rho_n}}{V_c} =$$

$$P_c = P_1 \frac{m_1}{\rho_1 V_c} + P_2 \frac{m_2}{\rho_2 V_c} + \dots + P_n \frac{m_n}{\rho_n V_c} \quad \text{Equação (3.2)}$$

Uma vez que é relativamente complicado se determinar as frações volumétricas das fases de um compósito diretamente, a equação 3.2 se torna útil desde que sejam conhecidas a propriedade estudada das fases e suas densidades e o volume do

compósito. Ainda, a equação 3.2 pode ser utilizada para se determinar a propriedade desconhecida de uma das fases, desde que se conheça das demais variáveis da equação. Vale ainda ressaltar que a regra das misturas se trata de uma equação que prevê uma interface perfeita entre as fases, ou seja, ela sempre apresentará o valor máximo teórico previsto para um compósito.

Nos casos reais, normalmente ocorre uma diminuição da propriedade no compósito em relação ao valor teórico previsto pela regra das misturas. Isso, normalmente ocorre por perda de aderência na interface que, por sua vez, pode ocorrer por diversos fatores. No caso dos compósitos poliméricos reforçados por FNLs, a fase reforço possui caráter hidrofílico, enquanto que a matriz possui caráter hidrofóbico. Essa diferença entre afinidade pela água é responsável por grandes perdas de desempenho mecânico com o uso destes materiais como fase em relação ao teórico previsto pela regra das misturas.

O material estudado nesta tese constitui um sistema binário onde a resina epóxi forma a fase matriz e as fibras de curauá atuam como reforço. A seguir serão apresentados dados e informações relacionadas a fibras naturais, compósitos reforçados com FNLs e também serão apresentados dados relacionados às fases utilizadas nesse trabalho.

### 3.2 Método Estatístico de Weibull

Em alguns casos, como é o estudo do comportamento mecânico de FNLs e seus compósitos, ocorre uma dispersão muito grande de resultados. Para o uso desse tipo de material em projetos de engenharia, entretanto, a confiabilidade de resultados é algo que deve ser levado em consideração. Nesses tipos de casos, a análise estatística de Weibull se apresenta como alternativa. Com o ajuste de alguns parâmetros, essa análise pode ser adaptada para vários casos reais e práticos (Abernethy *et al.*, 1983; O'Connor & Kleyner, 2012). A equação 3.3 representa a função cumulativa de Weibull (ou função de densidade):

$$F(x) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{x}{\theta} \right)^\beta \right] \quad \text{Equação (3.3)}$$

Onde a unidade característica ( $\theta$ ) e o módulo de Weibull ( $\beta$ ) são os parâmetros de Weibull e  $0 < F(x) < 1$ .

Considerações:

- Para um valor de  $\beta=0$  ou  $x=\theta$ , a função cumulativa de Weibull é igual a 0,632 (63,2%). A distribuição de Weibull se trata, portanto, de uma distribuição não-normal;
- Com um intervalo:  $0<\beta>1$ , com o incremento de  $\beta$ , ocorre o conseqüente aumento de  $F(x)$ ;
- Com  $\beta=1$ ,  $F(x)$  aumenta se  $x>\theta$  e diminui para  $x<\theta$ , ou seja a probabilidade de que um evento ocorra com valores menores do que a unidade característica é menor do que a probabilidade de que isto ocorra com valores maiores;
- Para  $\beta>1$ ,  $F(x)$  aumenta exponencialmente com o valor de  $\beta$ ;

Assim a unidade característica de Weibull pode ser entendida como a média de Weibull, ou seja, o “valor” de Weibull para o evento estudado enquanto que o módulo de Weibull indica a “certeza” que determinada média de Weibull vai ocorrer. Quanto maior o valor de  $\beta$ , portanto menor será a variância de resultados. Não existe, entretanto, um valor de  $\beta$  específico que garanta uma baixa variância sendo que para materiais diferentes, o mesmo valor de  $\beta$  não significa a mesma função de densidade de Weibull. Por exemplo, ao considerarmos os resultados de Simonassi, Braga e Monteiro, (2018), comparando-se três tipos de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de curauá: Compósitos feitos com e sem pressão e reforçados por fibras finas e compósitos reforçados por fibras de diâmetro aleatório feitos sob pressão. No trabalho foi apresentado que tanto o uso da pressão quanto a seleção das fibras finas diminuiriam a dispersão de resultados de resistência à tração dos materiais. A figura 3.2 (Simonassi, Braga e Monteiro, 2018) mostra como os compósitos que apresentaram uma menor variação em relação a distribuição normal ( $\sigma$ ) terão, conseqüentemente um maior valor de  $\beta$ .

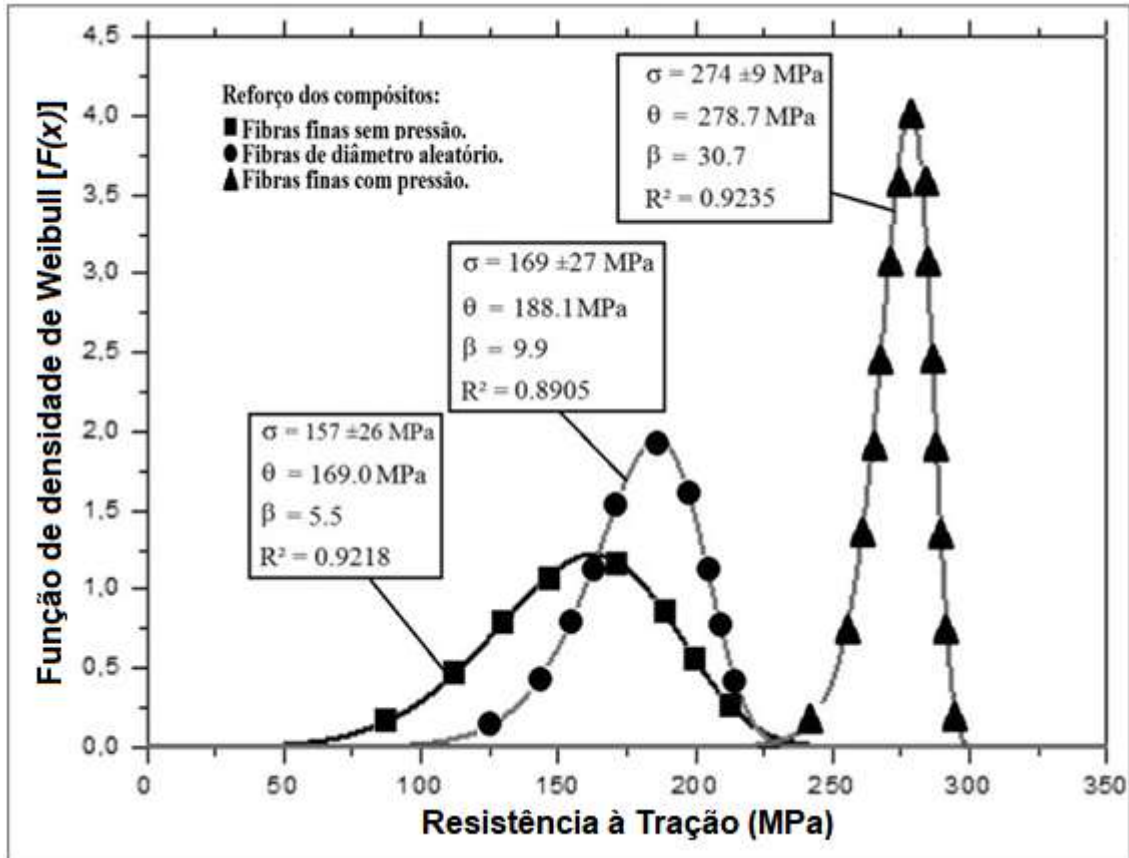


Figura 3.2 Função de distribuição de Weibull para a resistência à tração de compósitos de matriz poliéster reforçados com diferentes tipos de fibra de curauá.

A obtenção dos parâmetros de Weibull pode, ainda, ser simplificada. A equação 3.3 é uma função exponencial e pode ser rearranjada como função logarítmica obtendo-se, assim, a equação 3.4:

$$\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1-F(x)} \right) \right] = \beta \ln(x) - [\beta \ln(\theta)] \quad \text{Equação (3.4)}$$

Uma vez que os termos  $\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1-F(x)} \right) \right]$  e  $\ln(x)$ , são constantes para cada valor de  $F(x)$  em  $x$ , a Equação 3.4 é uma equação linear onde o coeficiente angular é dado pelo módulo de Weibull ( $\beta$ ) e o coeficiente linear,  $-\beta \ln(\theta)$ , é possível se obter os parâmetros de Weibull por método gráfico (O'Connor e Kleyner, 2012) ou por regressão linear.

### 3.3 Fibras Naturais

As fibras naturais são utilizadas desde os primórdios da humanidade na confecção de utensílios manufaturados simples para uso cotidiano. Podem ser divididas, segundo sua origem, em fibras animais como seda e a lã, minerais como o amianto e

vegetais como as fibras lignocelulósicas retiradas de plantas (Bledzki e Gassan, 1999). Essas fibras ocorrem naturalmente e requerem pouco ou nenhum recurso tecnológico para sua extração. Ainda, o processamento das fibras naturais, quando ocorre, é menos custoso e de menor impacto ambiental quando comparados com os das fibras sintéticas.

### 3.3.1 Fibras Naturais Lignocelulósicas

As FNLs, por sua vez, são extremamente abundantes ao redor do mundo (Medina, 1959). Grande parte das espécies de plantas possuem, ao menos, uma estrutura fibrosa devido a forma de crescimento celular vegetal. Entretanto, uma quantidade relativamente pequena de FNLs é utilizada e estudada ao redor do mundo devido a certos aspectos técnicos. No caso do Brasil não é diferente. O país possui uma vasta biodiversidade vegetal identificada e catalogada. Algumas destas fibras são utilizadas tradicionalmente na indústria têxtil e, de maneira mais recente são objeto de estudo como materiais para uso em engenharia.

O estudo das FNLs para uso como matérias primas em engenharia é relativamente recente quando comparadas com outras áreas de ciências dos materiais. Porém, principalmente nas últimas décadas cresce muito o interesse da comunidade científica e, em consequência, pode ser observado um aumento crescente no número de publicações sobre o assunto.

Em um levantamento realizado, baseado no banco de dados da “*ISI Knowledge*”, foi apontado que, já em 2010, o número de artigos publicados com a palavra-chave “fibra natural” (a pesquisa foi realizada em inglês: “*natural fiber*”) ultrapassava 1000 unidades dos quais, mais de 300 artigos continham a palavra-chave compostos de fibra natural (a pesquisa foi realizada em inglês: “*natural fiber*” AND “*composite*”). Até o final de 2018 os artigos com a palavra-chave “fibra natural” chegaram a praticamente os 3200 artigos, nos quais mais da metade relatavam sobre materiais compostos (1689 artigos). Os números sugerem um crescimento exponencial do número de publicações sobre o tema fibras naturais, conforme indicado na figura 3.3.

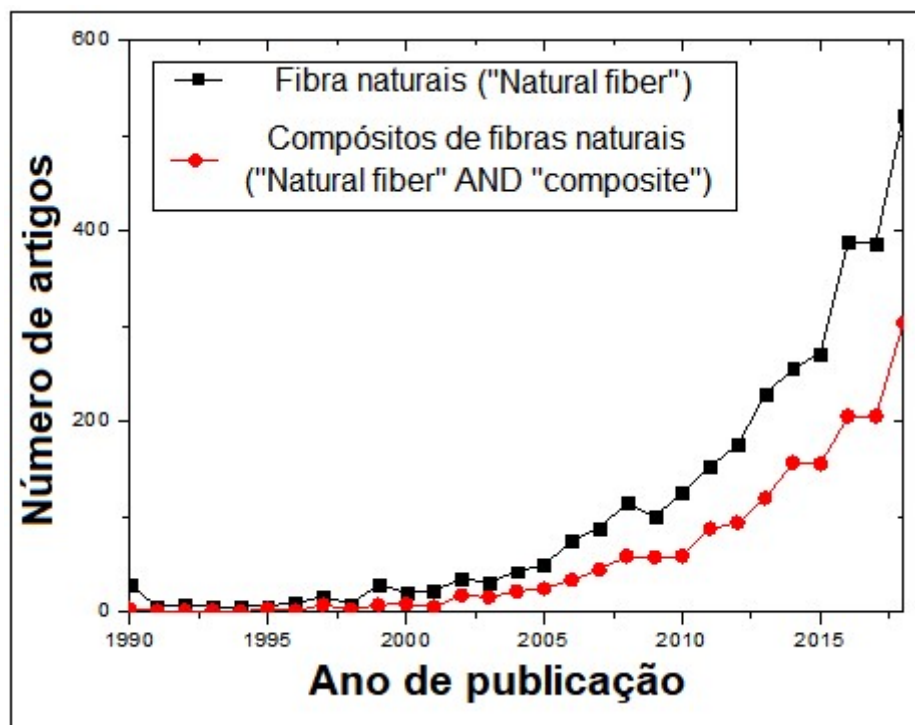


Figura 3.3 Número de publicações sobre fibras naturais e compósitos reforçados por fibras naturais por ano.

De fato, a possibilidade de uso de FNLs como reforço em compósitos de matriz polimérica foi apontada em diversos artigos relacionados. O número de artigos de revisão, juntamente com livros, ambos baseados no tema de compósitos reforçados com fibras naturais, ou mesmo sobre FNLs cresceu nas últimas décadas (Bledzki e Gassan, 1999; Bledzki, Sperber e Faruk, 2002; Chand e Fahim, 2008; Crocker, 2008; Eichhom *et al.*, 2001; Faruk *et al.*, 2012; Faruk *et al.*, 2014; Franck, 2005; Güven *et al.*, 2016; John e Thomas, 2008; Kalia, Kaith e Kaur, 2011; Ku *et al.*, 2012; Mohanty, Misra e Drzal, 2002; Mohanty, Misra e Hinrichsen, 2000; Monteiro *et al.*, 2009; Monteiro *et al.*, 2011a; Nascimento, Lopes e Monteiro 2010; Netravali e Chabba, 2003; Pappu *et al.*, 2015; Peijs, 2000; Pickering, 2008; Pickering *et al.*, 2016; Sahed e Jong, 1999; Satyanarayana, Arizaga e Wypych, 2009; Summerscales *et al.*, 2010a; Thakur, Thakur e Gupta, 2014; Wool e Sun, 2005; Zini e Scandola, 2011).

O crescimento do interesse no uso de FNLs se deve ao fato de que estas são renováveis, biodegradáveis e baratas além da possibilidade de cultivo em larga escala. Ainda, as FNLs apresentam boa relação peso/resistência/custo além de outras vantagens técnicas quando comparadas com as fibras sintéticas. Como limitantes às



aplicações destas fibras pode ser citada sua baixa temperatura de degradação e a grande dispersão de propriedades, principalmente comparando-as às fibras sintéticas.

### 3.3.2 Constituintes Principais das FNLs

Dentre os componentes principais das FNLs, estão a celulose, a hemicelulose e a lignina (Bledzki e Gassan 1999). A celulose, mostrada na figura 3.4 (Mohanty, Misra e Drzal, 2005), é um polímero natural linear composto por unidades de D-anidroglicopiranosose unidas por ligações  $\beta$ -1,4-glicosídicas. Já a lignina, mostrado na figura 3.5 (Mohanty, Misra e Drzal, 2005), é um polissacarídeo que apesar de ter sua estrutura similar à da celulose, apresenta diferentes características, como menor grau de polimerização, alto grau de inter cruzamento e é constituída por diferentes açúcares, ao contrário da celulose.

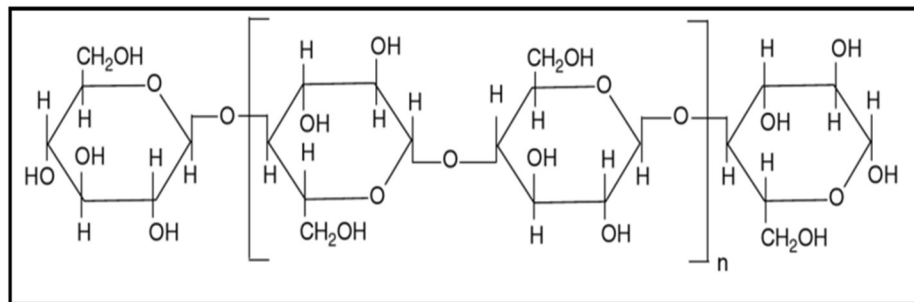


Figura 3.4 Estrutura da cadeia de celulose.

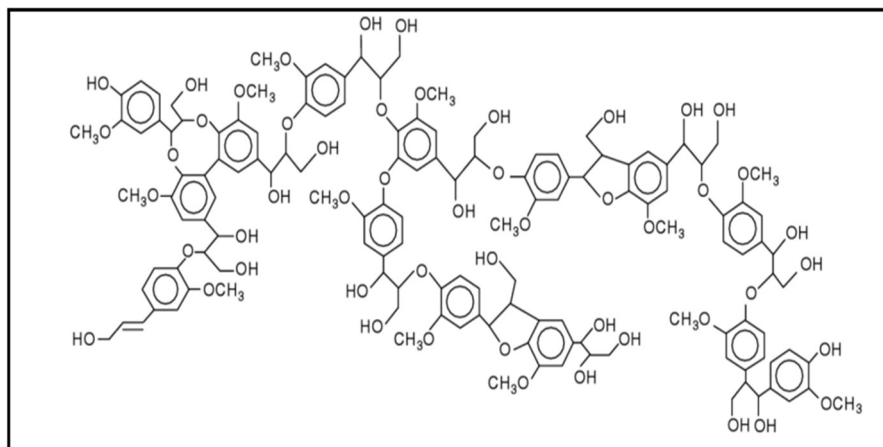


Figura 3.5 Estrutura da cadeia de Lignina.

### 3.3.3 Estrutura das FNLs

De forma análoga aos materiais compósitos, as FNLs podem ser entendidas como um compósito natural de matriz lignina e hemicelulose reforçadas com estruturas colunares cristalinas de cadeias de celulose na forma de microfibrilas. Uma fibra é

composta por várias células vegetais onde as microfibrilas crescem ao redor do lúmen em várias camadas empilhadas em formato espiral em diferentes ângulos em relação ao lúmen formando uma parede celular. Estas crescem em função de seu diâmetro formando paredes celulares secundárias. A figura 3.6 (Simonassi, 2017) mostra um esquema da estrutura de uma fibra natural lignocelulósica (FNL) enquanto a figura 3.7 (adaptado de Bledzki e Gassan 1999) mostra como as microfibrilas estão arranjadas de maneira tridimensional (figura 3.7 a) e bidimensional (figura 3.7 b) na matriz de hemicelulose e lignina. Esta estrutura é o que dá à FNL sua resistência.

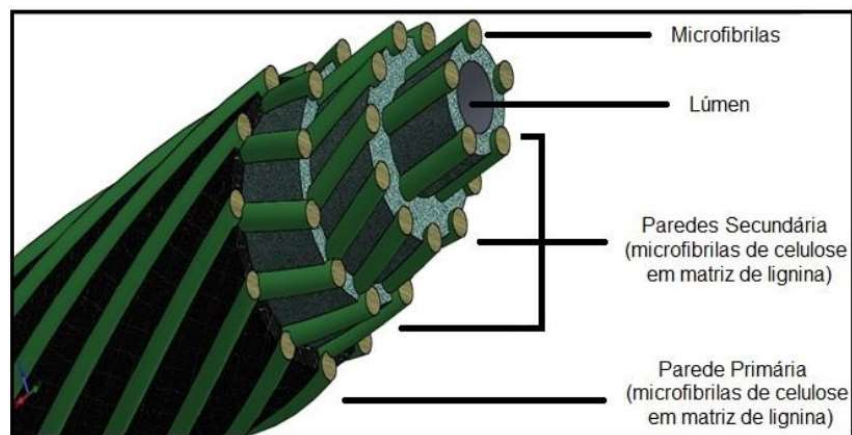


Figura 3.6 Estrutura das fibras lignocelulósicas.

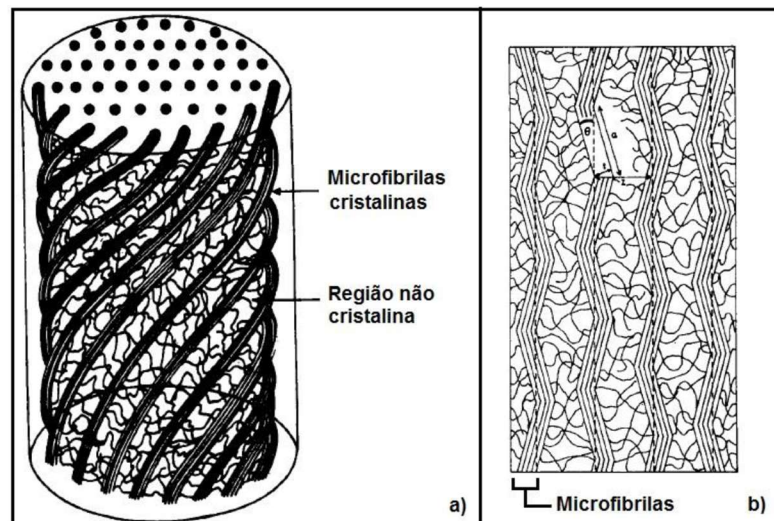


Figura 3.7 Dispersão das microfibrilas na matriz de hemicelulose/Lignina.

Fatores como o ângulo entre o lúmen e a orientação das microfibrilas, grau de cristalinidade e empacotamento da celulose nas microfibrilas, irão variar de espécie para espécie de planta ou até mesmo na mesma espécie dependendo das diferentes condições de solo, luz disponibilidade hídrica dentre outros fatores durante o

desenvolvimento da planta (Fernandes, 2012). Essas diferenças estão diretamente interligadas à grande variabilidade estatística de propriedades das FNLs e também nas diferenças de propriedades entre diferentes espécies (Bledzki e Gassan 1999; Monteiro *et al.*, 2011a).

### 3.3.4 Propriedades Mecânicas das FNLs

Comparativamente, as FNLs apresentam propriedades mecânicas moderadas em relação às fibras sintéticas. Em alguns casos, entretanto, a resistência mecânica de ambas é da mesma ordem de grandeza. A tabela 3.1 (adaptado de Monteiro *et al.*, 2011a) mostra um quadro comparativo entre algumas FNLs e sintéticas.

Tabela 3.1 Propriedades das FNLs em comparação com fibras sintéticas.

<b>Fibra</b>	<b>Densidade “<math>\rho</math>”</b>	<b>Resistência à tração “<math>\sigma</math>” (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade “E” (GPa)</b>
Bagaço de cana-de-açúcar	0,34-0,49	135-222	15-17
Bambu	1,03-1,21	106-204	---
Banana	0,67-1,50	700-800	27-32
Buriti	0,63-1,12	129-254	---
Coco	1,15-1,52	95-220	4-6
Algodão	1,51-1,60	287-800	6-13
Curauá	0,57-0,92	117-3000	27-80
Linho	1,30-1,50	344-1035	26-28
Juta	1,30-1,45	393-800	13-27
Piaçava	1,10-1,45	109-1750	5-6
Abacaxi	1,44-1,56	362-1627	35-86
Rami	1,50	128-1080	61-128
Sisal	1,26-1,50	287-913	9-28
Fibra de vidro (E-glass)	2,50-2,58	2000-3450	70-73
Carbono	1,78-1,81	2500-6350	230-400
Aramida	1,44	3000-4100	63-131

Pode ser observado que, de maneira geral, as FNLs apresentam baixa densidade em relação às fibras sintéticas. Devido a esta característica é possível a incorporação destas como reforço em materiais compósitos levando a materiais de propriedades superiores e com baixo peso.

Outro aspecto interessante que pode ser observado com relação às FNLs é a variação de propriedades em função do diâmetro da fibra. Monteiro *et al.* (2011a) mostram que existe uma tendência de aumento na resistência a tração de algumas FNLs em função do inverso do diâmetro destas. A explicação desse fenômeno se dá pela menor quantidade de defeitos apresentado nas fibras de menor diâmetro em relação às fibras de maior diâmetro, que torna as fibras finas mais resistentes. A figura 3.8 (adaptado de Monteiro *et al.*, 2011a) mostra gráficos plotados a partir de dados experimentais da resistência a tração média de algumas FNL em função do diâmetro médio destas.

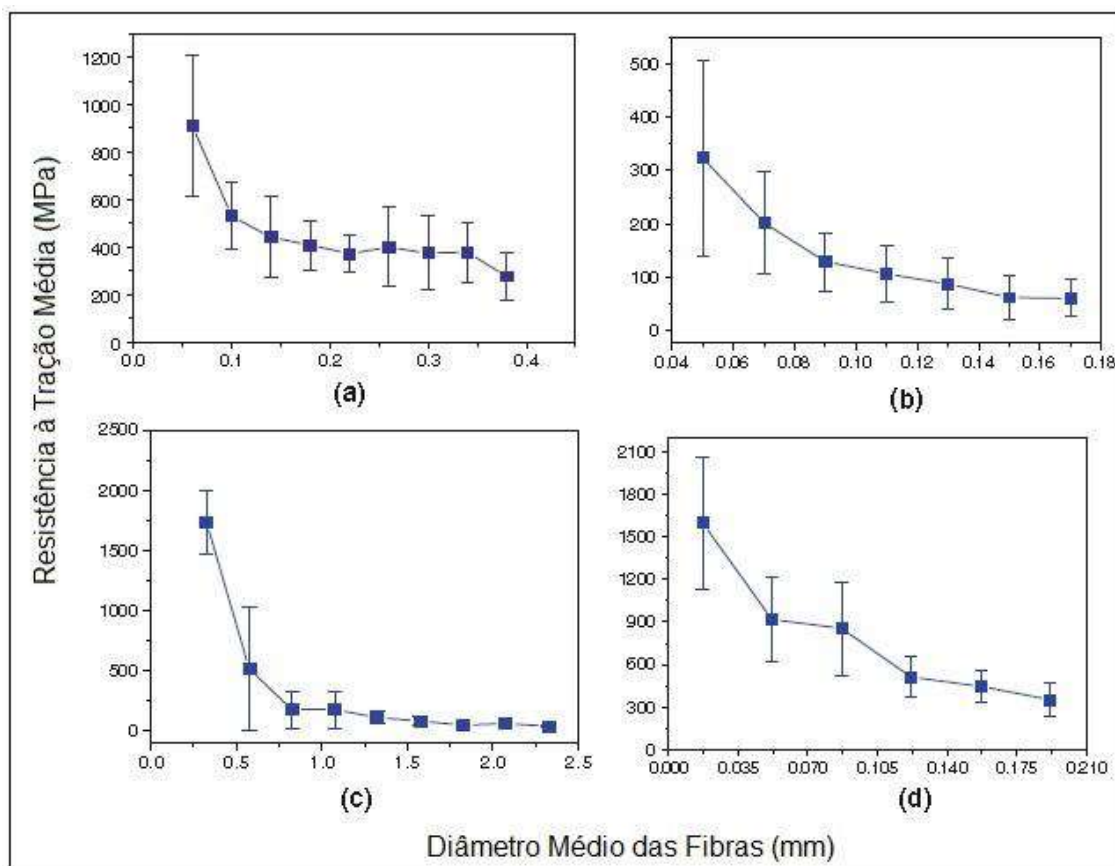


Figura 3.8 Resistência a tração média em função do diâmetro médio destas fibras de sisal (a), juta (b), piaçava (c) e rami (d).

Como pode ser observado na figura 3.8, não só a resistência a tração das fibras aumenta com a diminuição do diâmetro, mas também ocorre uma grande dispersão nos resultados. A padronização dos métodos de cultivo juntamente com a seleção das matrizes genéticas das plantas tende a tornar as composições de constituintes mais homogêneas dentro da mesma espécie, sugerindo uma diminuição na variação das propriedades finais das FNLs.

Dentre as variadas fibras estudadas na atualidade, se destaca a fibra extraída das folhas do curauá. Conforme pode ser observado na tabela 3.1, a resistência à tração destas fibras pode chegar aos 3000 MPa. Essa fibra foi a escolhida para a condução deste trabalho e alguns de seus aspectos serão apresentados a seguir.

### 3.4 O Curauá

Planta da mesma família do abacaxi, o curauá (*Ananas erectifolius*) é uma bromeliácea endógena da Amazônia brasileira. Ao contrário do abacaxi, entretanto, o

interesse comercial do curauá é voltado para a extração de fibras de suas folhas que recebem o mesmo nome da planta. O cultivo familiar do curauá, geralmente, ocorre em uma espécie de cultura sintrópica juntamente à mata, com resquícios da mata nativa e demais plantações. Esse tipo de cultura, também pode levar à recuperação de solos degradados por exploração excessiva devido à facilidade da planta em crescer nesses tipos de terreno. O cultivo familiar do curauá representa importante fonte de renda em regiões sem alternativas como ocorre no vale do Jari (EcoDebate, 2008).

Entretanto, o curauá pode, ainda, ser cultivado em regime de larga escala como uma plantação tradicional o que tende a minimizar o custo por quilograma de fibra colhido levando, também a uma maior produtividade. A colheita das fibras do curauá pode ocorrer a cada 6 meses. Nessa etapa as folhas da planta são extraídas entre 1,5 e 2 m de comprimento e cada planta produz de 12 a 15 folhas o que resulta em um montante de até 2 kg de fibra por planta (Ramalho, 2005). A figura 3.9 ilustra uma plantação familiar de curauá (Ramalho, 2005) e uma plantação sintrópica de curauá juntamente com paricá (Cordeiro *et al.*, 2009), enquanto que a figura 3.10 mostra o plantio e uma plantação formada em regime de larga escala do curauá (Pematec Triangel do Brasil Ltda., 2005).

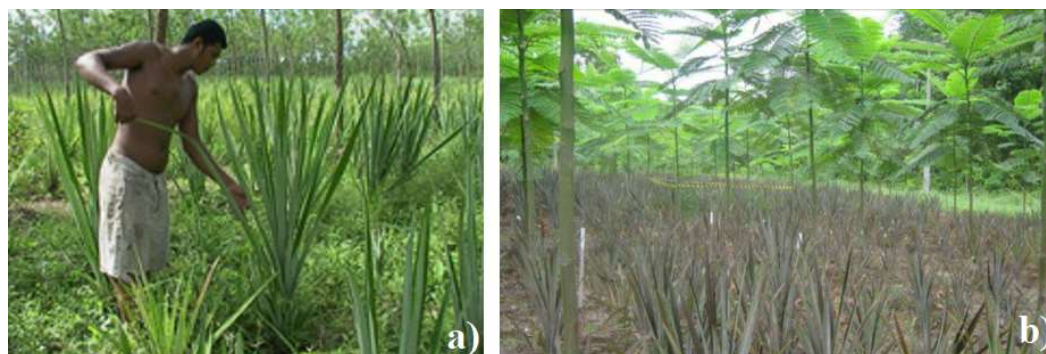


Figura 3.9 Plantação familiar de curauá (a) e plantação sintrópica de curauá juntamente com paricá (b).





Figura 3.10 Cultivo do curauá. Plantio (a) e plantação formada (b).

Em ambos os casos, a plantação de curauá é feita em associação aos moradores locais e levam desenvolvimento em regiões em falta de fontes alternativas de renda. Após a colheita, as folhas do curauá passam para o processo de extração de suas fibras onde são retirados os ligantes que unem as fibras deixando-as separadas entre si. O uso da fibra de curauá muitas vezes é relacionado à confecção de artesanato como ilustrado na figura 3.11 que mostra um exemplo das folhas, das fibras extraídas e de luminárias feitas a partir da fibra de curauá (Floresta Água do Norte, 2019).

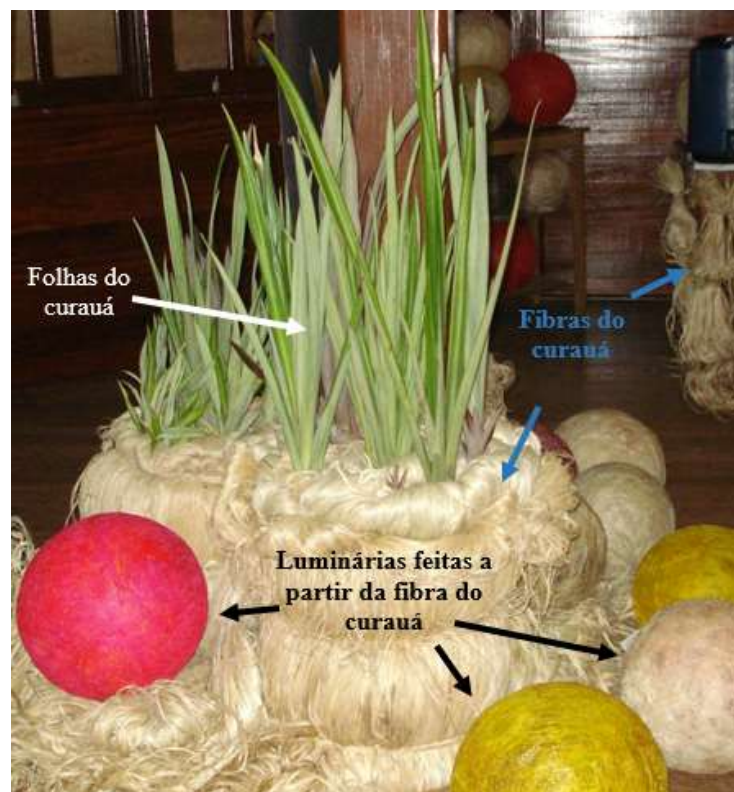


Figura 3.11 Folhas e fibras de curauá e luminárias feitas a partir da fibra do curauá.

### 3.4.1 A extração das fibras do curauá.

O processo de extração das fibras do curauá pode ser resumido em uma série de etapas consecutivas. As folhas são primeiramente moídas, ainda verdes e hidratadas, para que a maior parte da casca e dos ligantes se rompa. Em seguida estas são lavadas, batidas e postas na água para descansar. É importante nestas etapas que as fibras fiquem hidratadas para que estas não se rompam. Quanto maior o número de repetições destas etapas, mais limpas serão as fibras (John, 2012). A fim de se encurtar o tempo desprendido nestas etapas, a primeira lavagem das fibras pode ocorrer em ambiente alcalino em processo de mercerização. O processo de mercerização, entretanto, demanda um custo adicional que normalmente é compensado pela economia de tempo. A escolha do método mais adequado irá, então, ser baseado de acordo com a disponibilidade de recursos e dificuldades de processamento a ser avaliados caso a caso. Por fim as fibras são postas a secar ao sol ou em estufa. A figura 3.12 (John, 2016) ilustra o processo de moagem (figura 3.12 a) e as fibras processadas após o processo de lavagem (figura 3.12 b) enquanto que a figura 3.13 (Pematec Triangel do Brasil Ltda., 2005) mostra as fibras postas para secar em estufa.



Figura 3.12 Processo de moagem (a) e as fibras processadas (b)





Figura 3.13 Fibras postas para secar em estufa.

#### 3.4.2 A fibra de curauá

A fibra de curauá possui sua distribuição de diâmetro ocorrendo entre 0,05 e 0,23 mm divididos em 6 intervalos distribuídos a cada 0,03 mm. A tabela 3.2 mostra a frequência de ocorrência das fibras de curauá para cada intervalo de diâmetro, e a figura 3.14 mostra o histograma da frequência de ocorrência das fibras para cada diâmetro médio (Simonassi, 2017). Como pode ser observado, a maior parte das fibras de curauá ocorre em intervalos médios entre 0,08 e 0,17 mm (70% das ocorrências).

Tabela 3.2 Frequência de ocorrência de fibra de curauá por intervalo de diâmetro/diâmetro médio

<b>Intervalo (mm)</b>	<b>Diâmetro médio (mm)</b>	<b>Frequência (%)</b>
0,05-0,08	0,065	12
0,08-0,11	0,095	31
0,11-0,14	0,125	21
0,14-0,17	0,155	18
0,17-0,20	0,185	13
0,20-0,23	0,215	5

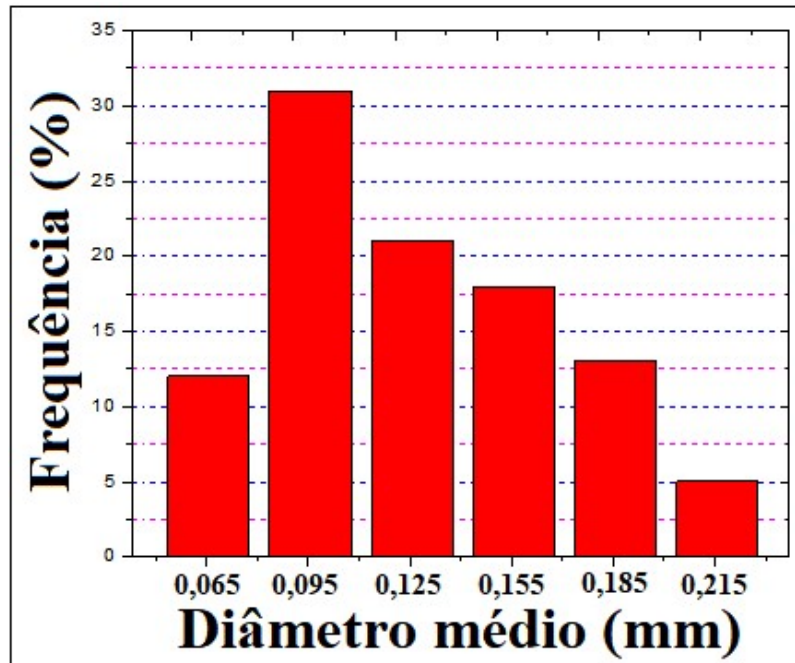


Figura 3.14 Histograma da distribuição de fibras pelo diâmetro médio.

Analogamente a demais FNLs, a fibra de curauá também possui suas propriedades relacionadas ao diâmetro médio das fibras. Um trabalho realizado em 2012 (Simonassi *et al.*, 2012) mostra que tanto, a densidade como o módulo de elasticidade da fibra de curauá são tão maiores quanto menor for o diâmetro médio destas fibras. Em sequência podem ser observadas nas tabelas 3.3 e 3.4 que mostram, respectivamente a variação da densidade e do módulo de elasticidade das fibras de curauá com o diâmetro médio das fibras de curauá. Já a tabela 3.5 (Simonassi, 2017), mostra a variação da resistência a tração das fibras de curauá pela variação de seu diâmetro médio. O comportamento de aumento de resistência a tração com a diminuição do diâmetro também é observado.

Tabela 3.3 Variação da densidade da fibra de curauá com o intervalo de diâmetro

Diâmetro médio das fibras (mm)	Módulo de Weibull “ $\beta$ ”	Média de Weibull “ $\theta$ ”	R <sup>2</sup>	Densidade Média
0,065	5,75	1,57	0,9416	1,45 ± 0,29
0,095	5,85	1,15	0,9178	1,07 ± 0,21
0,125	4,21	1,06	0,9091	0,92 ± 0,25
0,155	5,27	0,96	0,9451	0,88 ± 0,19
0,185	7,37	0,85	0,9418	0,80 ± 0,13
0,215	4,64	0,75	0,9867	0,68 ± 0,17

Tabela 3.4 Variação do módulo de elasticidade da fibra de curauá com o intervalo de diâmetro.

Diâmetro médio das fibras (mm)	Módulo de Weibull “β”	Média de Weibull “θ” (GPa)	R <sup>2</sup>	Módulo de Elasticidade Médio. (GPa)
0,065	2,00	29,1	0,8262	25,8 ± 13,5
0,095	2,92	23,5	0,8425	20,9 ± 7,8
0,125	5,86	18,5	0,8611	17,1 ± 3,4
0,155	4,81	17,0	0,9575	15,6 ± 3,7
0,185	3,57	14,4	0,8846	13,0 ± 4,0
0,215	4,31	12,9	0,9165	11,8 ± 3,1

Tabela 3.5 Variação da resistência a tração da fibra de curauá com o intervalo de diâmetro.

Diâmetro médio das fibras (mm)	Módulo de Weibull “β”	Unidade característica de Weibull “θ” (MPa)	R <sup>2</sup>
0,065	2,67	578,4	0,8753
0,095	3,58	449,8	0,8516
0,125	2,02	340,5	0,8321
0,155	2,05	292,0	0,9231
0,185	2,89	274,8	0,8798
0,215	2,52	228,0	0,9031

A partir dos dados de Weibull contidos nas tabelas 3.3 a 3.5, podem ser levantadas as curvas de comportamento da propriedade com o diâmetro médio das fibras ( $d$ ) gerando as equações 3.5 a 3.7:

$$\rho = \frac{0,072}{d} + 0,456; \quad R^2=0,97602. \quad \text{Equação 3.5}$$

$$E = \frac{1,5}{d} + 6,6; \quad R^2=0,98289. \quad \text{Equação 3.6}$$

$$\sigma = \frac{32,5}{d} + 87,7; \quad R^2=0,98807. \quad \text{Equação 3.7}$$

Onde:  $\rho$  é a densidade da fibra de curauá;  $E$  é o módulo de elasticidade (GPa) da fibra de curauá;  $\sigma$  é a resistência à tração (MPa) da fibra de curauá.

### 3.5 Resinas Poliméricas

Os polímeros naturais foram utilizados pela humanidade durante séculos. Com o avanço da tecnologia e intensas pesquisas foi possível se investigar e, posteriormente, sintetizar algumas das complexas estruturas que os compõem. Entre o fim da segunda guerra mundial até os dias atuais, a necessidade de materiais de baixo custo e bom desempenho provocado pelo aumento no consumo mundial acarretou o desenvolvimento de resinas termorrígidas de alto desempenho como o epóxi que são de ampla utilização no mercado (Bridson, 1999; Callister Jr. e Rethwisch, 2014).

#### 3.5.1 O epóxi

As resinas epoxídicas compreendem uma classe de polímeros termorrígidos que possuem baixa densidade, alta rigidez e, como característica particular, formam boa interface com diversos grupos e subgrupos de materiais que tornam essas resinas colas universais de alto desempenho normalmente com aplicações nobres. (Callister Jr. e Rethwisch, 2014).

O diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA) é uma resina epóxi de extrema importância comercial devido a seu bom desempenho mecânico e é obtido pela reação entre epícloridrina e o bisfenol A (Brydson, 1999). O bisfenol A é facilmente obtido, com alto grau de pureza, pela reação entre acetona e fenol. Este componente é considerado de baixo custo enquanto que a epícloridrina é um produto de elevado custo tornando o DGEBA uma resina nobre (Brydson, 1999). De forma semelhante a outras resinas, com a adição de um reagente, como o trietilenotetramina (TETA), nos radicais livres as cadeias inter cruzadas se formam e a resina se torna rígida. A figura 3.15 mostra a cadeia de repetição principal do DGEBA.

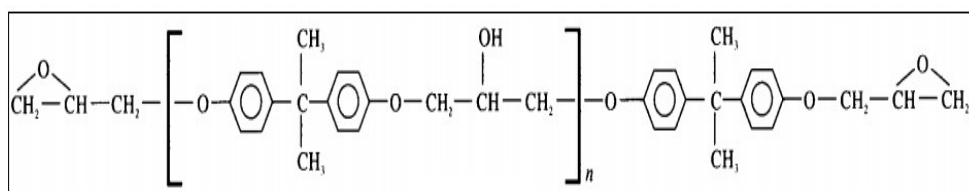


Figura 3.15 Cadeia de repetição do diglicidil éter de bisfenol A.

### 3.6 Compósitos reforçados com FNLs

O objeto de estudo deste trabalho é o comportamento de resistência a tração de compósitos de matriz epóxi reforçada com fibra de curauá. Esse assunto se enquadra dentro de compósitos reforçados com FNLs. A pesquisa de compósitos de matriz polimérica reforçada por fibras naturais é relativamente recente. As principais justificativas no uso de FNLs como reforço em compósitos está na procura de fontes renováveis, recicláveis, sustentáveis e batatas, alternativamente às fibras sintéticas.

Compósitos de matriz polimérica já são estudados há mais de duas décadas sejam em pesquisas de base, ou em trabalhos com finalidades de se desenvolver tecnologia. Nessa perspectiva se enquadram a já citada indústria automobilística e a sugestão do uso de compósitos reforçados com FNLs para blindagens balísticas. Além destes, outros setores da indústria, como o da construção civil (Bilcati *et al.*, 2018; Ferreira *et al.*, 2018; Zukowski *et al.*, 2018), podem ser beneficiados pelo uso de compósitos reforçados por fibras naturais.

Uma das formas mais simples de se avaliar um compósito reforçado por FNLs é através de ensaios de resistência a tração. Geralmente são ensaios mecânicos fáceis de serem realizados e os resultados podem dar informações importantes sobre o comportamento mecânico destes materiais.

Contido na tabela 3.6 se encontram diversos valores de resistência a tração de compósitos reforçados por FNLs compilados a partir de trabalhos da literatura. Nesta tabela pode ser observado como a resistência a tração varia dependendo da fração volumétrica de fibra incorporada ou ainda do tipo de matriz selecionada.

Tabela 3.6 Valores de resistência à tração de compósitos reforçados com várias FNL para diferentes matrizes e frações de fibra.

Fibra	Matriz	Fração de fibra (%)	Resistência à Tração (MPa)
<b>Juta</b>	Poliácido lático <sup>2</sup>	30 (%Vol.) **	81,9
	PHB-V <sup>2*</sup>	30 (%Vol.)	35,2
	Polipropileno <sup>2</sup>	30 (%Vol.)	47,9
<b>Linho</b>	Polipropileno <sup>1</sup>	40 (%Mas.) ***	57,0
	Poliácido lático <sup>3</sup>	40 (%Vol.)	133,0
	Epóxi <sup>3</sup>	40 (%Vol.)	99,0
<b>Coco</b>	Polipropileno <sup>1</sup>	40 (%Mas.)	10,0
	Poliéster <sup>6</sup>	10 (%Vol.)	30,9
	Epóxi <sup>7</sup>	30 (%Mas.)	23,7
<b>Sisal</b>	Polipropileno <sup>4</sup>	40 (%Mas.)	55,0
	Polipropileno <sup>1</sup>	40 (%Mas.)	34,0
	Epóxi <sup>5</sup>	30 (%Mas.)	132,8
	Epóxi <sup>8</sup>	73 (%Mas.)	410,0
	Epóxi <sup>8</sup>	73 (%Mas.)	330,0
	Epóxi <sup>9</sup>	48 (%Mas.)	211,0
<b>Celulose artificial</b>	Epóxi <sup>9</sup>	37 (%Mas.)	183,0
	Poliácido lático <sup>2</sup>	30 (%Vol.)	92,0
	PHB-V <sup>2</sup>	30 (%Vol.)	41,7
<b>Bambu</b>	Polipropileno <sup>2</sup>	30 (%Vol.)	71,6
	Resina à base de Amido <sup>10</sup>	30 (%Vol.)	120,2
	Resina à base de Amido <sup>10</sup>	50 (%Vol.)	209,3
<b>Harakeke</b>	Resina à base de Amido <sup>10</sup>	70 (%Vol.)	364,7
	Epóxi <sup>11</sup>	50/55 (%Mas.)	223,0
	Epóxi <sup>12</sup>	52 (%Mas.)	211,0

\*Poli-hidroxibutirato-co-valerato. \*\*Fração volumétrica de fibras. \*\*\*Fração mássica de fibras. Shah<sup>1</sup> (2013), Faruk<sup>2</sup> *et al.* (2012), Summerscales<sup>3</sup> *et al.*, (2010), Bledzki e Gassan<sup>4</sup> (1999), Gupta e Srivastava<sup>5</sup> (2014), Santafé Jr.<sup>6</sup>, *et al.* (2010), Obele e Ishidi<sup>7</sup> (2015), Rong<sup>8</sup> *et al.* (2001), Oksman<sup>9</sup> *et al.* (2002), Ochi<sup>10</sup>, (2012), Le e Pickering<sup>11</sup>, (2015), Newman<sup>12</sup> *et al.*, (2010).

Como pode ser observado na tabela 3.6, os mais variados valores de resistência podem ser observados em compósitos reforçados com a mesma fibra. Essa diferença está associada ao nível de interação entre a fibra e matriz ou até mesmo a resistência da própria matriz. Ainda, de maneira geral, com o incremento da quantidade de FNLs incorporadas no compósito, tende a ocorrer um aumento de resistência mecânica e uma diminuição da rigidez do material.

### 3.6.1 Interação Fibra Matriz.

Desde a década de 1990, a dificuldade de se formar uma boa interface entre FNLs e polímeros era conhecida como apontam Bledzki e Gassan (1999). A lignina que compõe as FNLs tem uma afinidade boa a água enquanto que a maioria dos polímeros tem características hidrofóbicas. O caráter hidrofílico da fibra torna difícil a retirada de umidade de sua superfície tornando a interação com o compósito ainda mais difícil. Como a tensão se dissipa pela interface em um compósito, a má interação entre as fases significa uma perda direta de eficiência entre compósitos (Pickering *et al.*, 2016). Dessa maneira os compósitos normalmente apresentam perda de desempenho mecânico em relação ao valor teórico esperado.

Uma das alternativas a esse problema é o tratamento de superfície das fibras. Em teoria, a retirada da lignina faria com que sua afinidade com água diminuísse e, conseqüentemente a interface com matrizes poliméricas seriam aprimoradas o que levaria a uma melhora de desempenho mecânico do compósito (Bledzki e Gassan, 1999; Pickering *et al.*, 2016). Entretanto, os métodos de retirada da lignina normalmente acabam degradando as cadeias de celulose que em geral causam perda de desempenho mecânico das fibras (Pickering *et al.*, 2016).

Dessa maneira, fica claro que tratamentos de superfície das FNLs tem um potencial enorme em melhorar a interface entre as fases. Para cada tipo de FNL, porém, as diferentes concentrações de lignina, e outros constituintes irão acarretar resultados diferentes. Outro fator a ser considerado é o aumento do custo de produção dos compósitos. Um dos principais atrativos do uso das FNLs em substituição às fibras sintéticas é o baixo custo final de produção. Com o aumento do custo de preparação as FNLs podem deixar de ser economicamente viáveis.

Outra maneira de se formar a interface entre as fases do compósito é por acoplamento mecânico. Esse mecanismo, basicamente, consiste em acoplar a matriz na superfície rugosa da fibra. Entretanto, defeitos na superfície da fibra irão agir como concentradores de tensão causando perda de resistência mecânica (Pickering *et al.*, 2016).

A escovação de fibras tende a ocasionar a retirada de sujeiras e defeitos, tais como microfibrilas rompidas na superfície, causando assim uma melhora no desempenho final da matriz. Por um lado, uma fibra mais lisa tende a ficar com uma interface mais fraca, mas a retirada de defeitos torna a fibra mais uniforme e facilita a dispersão destas na matriz o que leva à melhoria de desempenho (Pickering *et al.*, 2016). No caso de matrizes resinosas, como o poliéster, a pressão durante a cura da matriz, juntamente à escovação leva a um ganho de desempenho significativo (Simonassi, Braga e Monteiro, 2018). A escovação, portanto, pode ser uma alternativa de baixo custo para a melhoria da interface em relação à tratamentos químicos. Além disso os resíduos gerados das etapas de escovação não são tóxicos, são biodegradáveis e podem ainda serem utilizados como fonte de nutrientes em compostagem.

### 3.7 Compósitos reforçados por fibras de curauá.

Uma pesquisa do termo “curaua” ao banco de dados do “*Web of knowledge*” resultou em 169 artigos publicados em periódicos entre 2000 e maio de 2019. A tabela 3.7 apresenta os números gerais de artigos encontrados enquanto que a tabela 3.8 mostra a quantidade de artigos publicados sobre o tópico compósitos de matriz polimérica reforçados por fibras naturais de curauá. A figura 3.16 apresenta os gráficos de torta dos dados contidos nas tabelas 3.7 e 3.8.

Tabela 3.7 Número de artigos publicados sobre fibra de curauá ou seus compósitos.

<b>Assunto</b>	<b>Número de publicações</b>
Fibras de curauá	30
Não relacionados à fibra de curauá	40
Compósitos com matriz cimentícia	10
Compósitos com matriz polimérica	89



Tabela 3.8 Artigos publicados sobre compósitos de matrizes poliméricas reforçadas por fibras de curauá.

<b>Trabalhos sobre compósitos de matrizes poliméricas reforçadas com fibras de curauá</b>	<b>Número de publicações</b>
Resistência a tração como principal caracterização	46
Outros métodos de caracterização	37
Estudo dos parâmetros de processamento	6

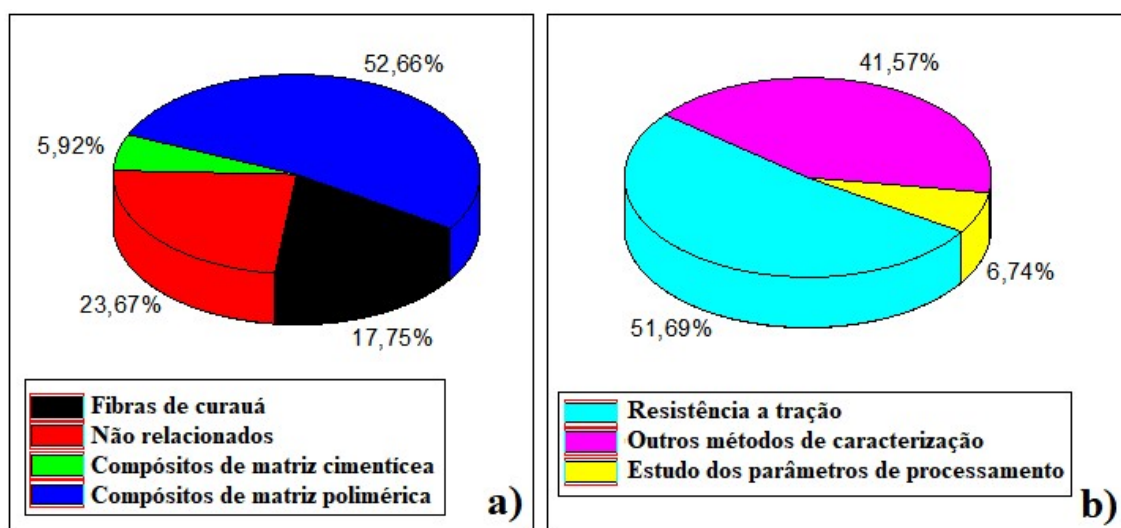


Figura 3.16 Gráficos de tortas para artigos publicados relacionados ao termo “curauá” (a) e artigos relacionados ao termo compósitos reforçados por fibras de curauá (b).

Ao observar os dados contidos na tabela 3.7, pode ser observado que, apesar de ser uma fibra com boas propriedades mecânicas as fibras de curauá são relativamente pouco conhecidas no meio acadêmico. Isso se deve, principalmente, à baixa disponibilidade da fibra no mercado. Dessa forma, é normal que o número de publicações seja baixo.

Outro aspecto interessante sobre as pesquisas conduzidas com compósitos de matriz polimérica reforçada com fibras de curauá é que apenas 6% (tabela 3.8) de todos os trabalhos encontrados tratam de definição ou otimização dos parâmetros de processamento desse tipo de material. Para ser mais específico, até 2012, (Monteiro *et al.*, 2012) não havia sequer um trabalho sobre esse assunto para matrizes resinosas.

A falta de trabalhos específicos sobre parâmetros de processamento leva a uma grande quantidade destes trabalhos apresentarem resistência a tração abaixo dos 100 MPa de resistência a tração. A seguir segue o capítulo estado da arte onde serão apresentados os principais resultados de resistência a tração de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras naturais de curauá.

### 3.8 Estado da Arte: Resistência a Tração de Polímeros Reforçados por Fibra de Curauá

Embora a maioria dos artigos publicados sobre compósitos de matriz poliméricas reforçadas por fibras de curauá apresentem resultados de resistência a tração (tabela 3.8), os resultados variam muito dependendo da configuração matriz/reforço apresentados. A adição da fibra de curauá cortadas com cerca de 5 mm e inseridas desorientadas em uma matriz de copolímero em bloco triplo estireno-butadieno-estireno juntamente a montmorilonita particulada formando um compósito híbrido com uma resistência a tração máxima de 8,9 MPa (Borba, Tedesco e Lenz, 2014). Entretanto, o uso de fibras de curauá contínuas e alinhadas em grandes quantidades (~70% em fração mássica) pode levar o compósito a valores de resistência a tração de 334 MPa com a fibra submetida a um tratamento de superfície de mercerização em solução de 10% NaOH e até 327 MPa para fibras sem tratamento de superfície conforme Gomes, *et al.* (2007).

Ainda, tratamentos de superfície da fibra tem seu efeito bem evidente conforme já discutido no item 3.6.1. Para o caso do curauá, um tratamento de mercerização com solução de NaOH em concentração de 10% leva a um ganho mecânico no compósito associado a melhoria da interface (Gomes, *et al.*, 2007). Segundo Gomes, *et al.* (2007), entretanto, um acréscimo de concentração de NaOH em 5% (total 15%) degrada a fibra ao ponto de que a resistência do compósito se torna menor do que ao se utilizar fibras sem tratamentos de superfície para frações mássicas aproximadas.

Outro aspecto da maior parte das publicações é que o estudo dos parâmetros de processamento é relativamente limitado em artigos. A maior parte destes trata de estudos específicos sobre determinada propriedade ou, quando mencionados, os parâmetros de processamento são pré-definidos e ocorre um estudo limitado destes.

Apenas alguns artigos tratam de estudos mais aprofundados sobre parâmetros de processamento e a relevância destes nas propriedades dos compósitos.

De forma geral, o estudo dos parâmetros de processamento pode ser dividido em dois tipos que são definidos, basicamente, pela matriz utilizada como compósitos de matriz termoplásticas e compósitos de matriz resinosa termorrígida.

O estudo dos parâmetros de processamento dos compósitos de matrizes termoplásticas é normalmente feito com a análises do material feito por extrusão com o uso das fibras cortadas (descontínuas e desalinhadas) entre 2-5 mm (Junior *et al.*, 2017; Leão, Ferrão e Souza, 2009; Rossa, Scienza e Zattera, 2013). Nesses casos a resistência a tração, devido ao tipo de configuração das fibras, não ultrapassa os 60 MPa de resistência a tração. Entretanto, outras propriedades, como isolamento térmico, trabalhabilidade e resistência a abrasão são afetados pelos parâmetros estudados. Nesses casos a resistência a tração é observada como uma característica secundária do material.

Entretanto, o estudo das matrizes termofixas tem, em geral, como objetivo o uso destes compósitos em materiais laminados com fibras contínuas e alinhadas. Nesses casos o estudo leva a compósitos de matriz poliéster com bom desempenho mecânico com resistência a tração chegando até 278,9 MPa (Simonassi, Braga e Monteiro, 2018). Além do alto desempenho mecânico obtido, Simonassi, Braga e Monteiro (2018), demonstraram como a resistência a tração dos compósitos irá variar de acordo com a fração volumétrica, seleção de fibras segundo seu diâmetro e o uso da pressão durante a cura do polímero. Esses dados são importantes de modo a se aprimorar a eficiência mecânica deste tipo de material.

A tabela 3.9 apresenta um resumo dos resultados mais significativos de resistência a tração de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de curauá. Nesta tabela são apresentados dados de compósitos feitos com fibras submetidas a diferentes tratamentos de superfície, em diferentes matrizes poliméricas e em variadas frações de fibra. Em alguns desses casos a quantidade de fibra é apresentada em fração volumétrica ou mássica dependendo de como foi apresentado no artigo original.

Tabela 3.9 Dados de resistência a tração de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de curauá.

<b>Matriz Polimérica</b>	<b>Resistência a Tração (MPa)</b>	<b>Tratamento dados às fibras e(ou) polímero</b>	<b>Fração de fibra</b>	<b>Ref.*</b>
Resina à base de Amido	124,0	-	26 %Vol.**	1
Resina à base de Amido	137,0	Mercerização. Solução de 10 %NaOH.	27 %Vol.	
Resina à base de Amido	300,0	Mercerização. Solução de 15 %NaOH.	75 %Mas.***	2
Resina à base de Amido	327,0	-	70 %Mas.	
Resina à base de Amido	334,0	Mercerização. Solução de 10 %NaOH	72 %Mas.	
Poliéster	160,0	-	20 %Vol.	3
Poliéster	180,0	Mercerização. Solução de 5 %NaOH.	20 %Vol.	
Poliéster	169,0	Fibras finas. Sem pressão na cura do polímero.	60 %Vol.	4
Poliéster	188,1	Fibras Aleatórias. Pressão na cura do polímero.	60 %Vol.	
Poliéster	278,9	Fibras Finas. Pressão na cura do polímero.	60 %Vol.	
Poliéster	101,6	Tecido de Curauá.	30 %Vol	5
Poliamida-6	80,0	-	20 %Mas.	6
Poliéster	86,9	-	30 %Vol.	7
Epóxi	89,5	-	30 %Vol.	
Epóxi	95,2	-	35 %Vol.	
Poliéster	103,2	-	40 %Vol.	

\* Referências: 1. Gomes, Goda, e Ohgi, 2004; 2. Gomes *et al.*, 2007; 3. De Oliveira, Helfer e Amico, 2012; 4. Simonassi, Braga e Monteiro, 2018; 5. Ferreira et al., 2019; 6. Da Luz e Lenz, 2011; 7. Lopes, 2011. \*\*Fração volumétrica. \*\*\*Fração mássica.

Como pode ser observado na tabela 3.9, a variação dos parâmetros de processamento irá ter influência direta na resistência do compósito. Por exemplo, o tratamento de mercerização irá melhorar a interação entre fibra matriz desde que a solução de NaOH não exceda a concentração de 10%. Comportamento análogo aos resultados de Gomes, *et al.* (2007), com relação ao tratamento de superfície também foram observados em outros trabalhos (Gomes, Goda, e Ohgi, 2004; De Oliveira, Helfer e Amico, 2012).

Ainda, a seleção de fibras representa um ganho de resistência apreciável em comparação com os compósitos sem fibras selecionadas desde que haja pressão durante a cura do polímero (Simonassi, Braga e Monteiro, 2018).

### 3.8.1 Evolução dos Trabalhos Realizados com Compósitos Reforçados por Fibras de Curauá no Grupo de Compósitos Reforçados por Fibras Naturais.

Em 2012, um trabalho foi realizado a fim de se caracterizar o comportamento mecânico das fibras de curauá em função do diâmetro médio das fibras. (Simonassi *et al.*, 2012). Neste trabalho ficou evidente que ocorre uma variação considerável na densidade e no módulo de elasticidade das fibras. Além disso, o uso do projetor de perfil possibilitou, possibilitou o levantamento do tamanho das fibras com uma maior precisão.

A continuação dos trabalhos possibilitou o levantamento de dados, mostrando que, a resistência a tração das fibras de curauá, também segue o mesmo comportamento das demais propriedades do material. Entretanto foi verificado que ocorre um desvio muito grande em relação ao esperado pela regra das misturas (Simonassi, 2015). O principal motivo dos resultados aquém foi a falta de estudos mais aprofundados da influência dos parâmetros de processamento no desempenho mecânico do material.

A próxima etapa dos trabalhos foi, portanto, focado no estudo dos parâmetros de processamento. Dessa maneira, informações como a quantidade máxima de fibra a ser incorporada, influência da seleção de fibras e a orientação das fibras em compósitos de matriz poliéster foram estudadas e definidas (Simonassi, 2017). O resultado final apresentou um valor de 278,9 MPa (Simonassi, Braga e Monteiro, 2018) de resistência a tração para os compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras contínuas e alinhadas de curauá. Esse valor representa um número 17% menor

do que os valores obtidos por Gomes *et al.*, (2007) que apresentaram os maiores valores de resistência a tração para compósitos reforçados por fibras naturais.

Mesmo com a realização de estudos complexos, os estudos dos parâmetros de processamento até então (Simonassi, 2017; Simonassi, Braga e Monteiro, 2018) são relativamente limitados onde definições de tratamento de secagem das fibras, pós cura dos materiais, e influência da pressão durante a cura do polímero, por exemplo, seguiram dados empíricos estabelecidos baseados em resultados obtidos na literatura, juntamente como os valores já utilizados em trabalhos anteriores. Ainda assim os resultados obtidos são consideráveis em comparação até mesmo com valores de resistência a tração para aços 1020 obtidos por laminação a quente (cerca de 380 MPa) (Callister Jr. e Rethwisch, 2014).

Ainda, os resultados obtidos até então 278,9 MPa (Simonassi, Braga e Monteiro, 2018) mostram um desempenho relativamente próximo (cerca de 70%) aos maiores resultados publicados para compósitos de matriz polimérica reforçados por fibras naturais. De fato, a maior resistência a tração publicada para esse tipo de material é de 410 MPa para compósitos de matriz epóxi reforçada por fibras de sisal apresentados por Rong *et al.* (2001). Entretanto este trabalho é limitado em relação aos métodos utilizados para a confecção dos compósitos. Na verdade, a única citação em relação aos compósitos, é a norma segundo o qual os ensaios de tração são realizados e a caracterização mecânica das fibras não é mencionada no trabalho o que impossibilita a replicabilidade do trabalho.

Outro aspecto interessante é que o uso da pressão durante a cura e a seleção das fibras podem levar, não só a um ganho de desempenho, mas também a uma maior confiabilidade dos resultados provocados por uma menor dispersão dos resultados (Simonassi, Braga e Monteiro, 2018), algo incomum para compósitos reforçados por FNLs.

Por fim, o estudo dos parâmetros de processamento é útil no levantamento de informações significativas no desenvolvimento tecnológico de compósitos reforçado por fibras naturais o que aumentaria a aplicabilidade destes materiais.

A seguir serão apresentados os métodos e os materiais utilizados neste trabalho. Serão apresentados, de maneira detalhada, os parâmetros de processamento

estudados e como foi conduzida a evolução destes trabalhos. A definição dos parâmetros foi baseada em trabalhos anteriores e foram selecionados os parâmetros que, em teoria, seriam mais sensíveis a alterações, como o caso do uso de temperatura no processamento das fibras e dos compósitos, a pressão durante a cura do polímero, a fração volumétrica de fibra utilizada e a seleção da fibra por diâmetro.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Como os objetivos do trabalho foram avaliar os parâmetros de confecção dos compósitos a fim de se obter materiais de alto desempenho, foram escolhidos ensaios de tração como sendo os mais práticos para essa comparação. A escolha desses ensaios se dá pelo fato de estes serem realizados de maneira simples, bem como a confecção de seus corpos de prova. Além disso, estes são de grande conhecimento da comunidade científica o que facilita o processo de comparação com a literatura.

Entretanto o trabalho foi dividido em duas etapas. Na primeira foram determinados:

- Valores de tempo e temperatura de permanência da fibra na estufa antes de ser utilizada nos compósitos;
- As frações volumétricas de fibras a serem incorporadas como reforço no epóxi;
- Quais são os tempos e temperaturas de pós cura do material compósito;
- Alternativas para a retirada de bolhas durante a cura do polímero

Esses parâmetros foram definidos a partir de resultados obtidos em ensaios específicos definidos de modo a se obter as maiores resistências possíveis.

A segunda etapa consistiu na utilização dos parâmetros pré-definidos a fim de se obterem os maiores valores de resistência a tração para compósitos de matriz epoxídica reforçada com fibra de curauá.

Cada uma das etapas, bem como as configurações utilizadas serão detalhadas a seguir.

### 4.1 Fibras de Curauá

As fibras de curauá utilizadas neste trabalho foram fornecidas pela empresa Pimatec Triangel na forma de cachos. As fibras passaram por processo de mercerização. Como não existem informações sobre o processo de mercerização ao qual as fibras já foram submetidas, foi decidido que as fibras não seriam submetidas a um novo tratamento químico de superfície.

Para este trabalho, as fibras de curauá foram escovadas e selecionadas em relação ao seu diâmetro e, posteriormente cortadas do tamanho do molde, os métodos de processamento secundários das fibras serão apresentados a seguir.



#### 4.1.1 Separação da Fibra de Curauá em Função do Diâmetro

Conforme mostrado na figura 4.1 (Simonassi, 2017), os cachos fornecidos estão limpos das impurezas residuais do processo de extração das fibras (figura 4.1 a) e são facilmente escovadas (figura 4.1 b) para que estas fiquem desembaraçadas. O processo de escovação torna mais fácil a etapa de seleção das fibras finas, que foi realizada pela remoção manual das fibras mais grossas (figura 4.1 c). Posteriormente, estas fibras são cortadas no tamanho do molde do corpo de prova (figura 4.1 d) e colocadas a secar em estufa.

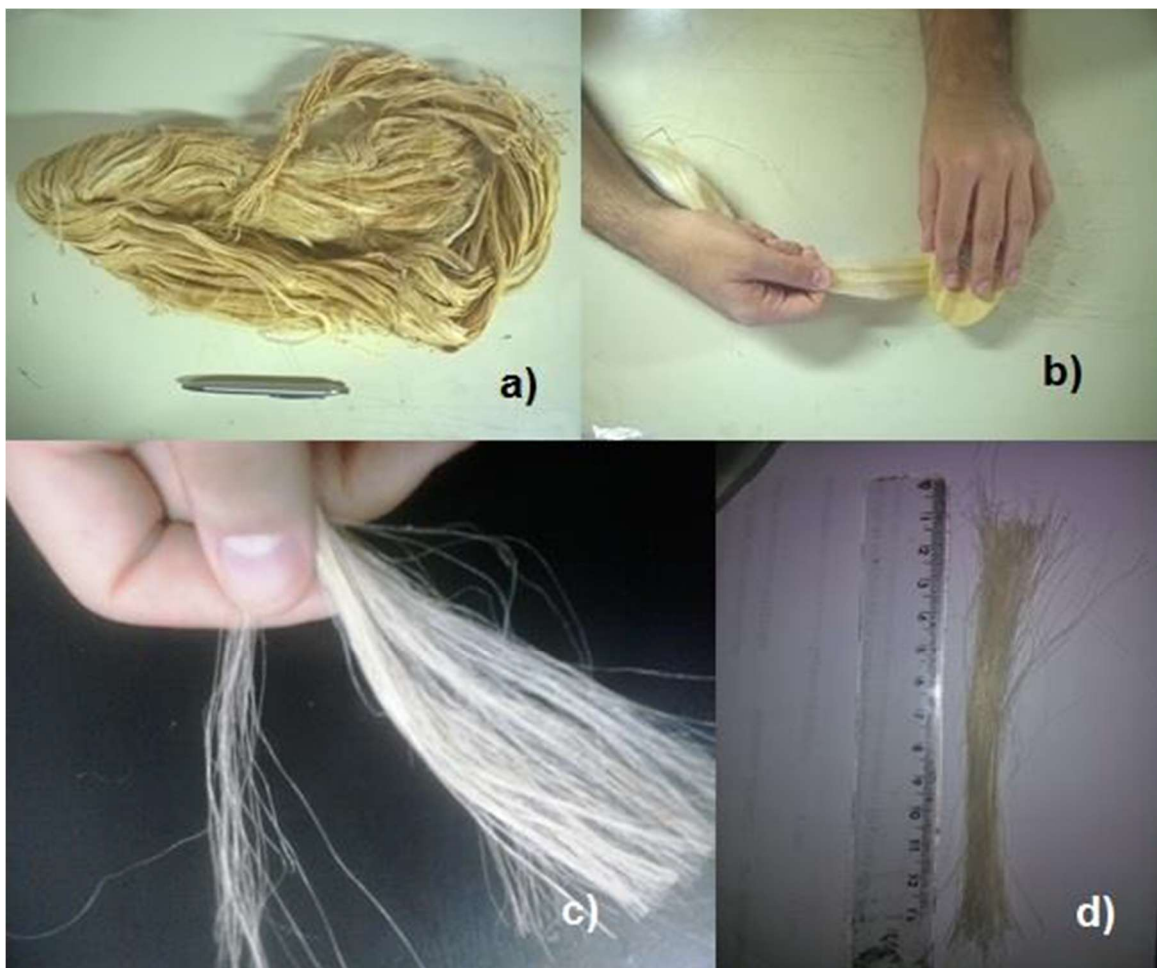


Figura 4.1 Os cachos da fibra como fornecidos (a) processo de escovação (b), separação manual (c) e fibras cortadas no tamanho do molde (d).

O processo de escovação é bem simples. Quando a escovação é feita em cachos muito grandes, porém, as fibras tendem a ficar embaraçadas. Desse modo o cacho foi dividido em vários menores (cerca de 1 a 2 cm de diâmetro). Os cachos menores

foram amarrados em uma extremidade e a outra foi escovada. O processo de escovação era executado até que as fibras ficassem completamente soltas entre si.

Nessa etapa as fibras utilizadas foram separadas em dois grupos:

- Fibras com diâmetro fino selecionado (FF). O diâmetro das fibras selecionadas está contido entre 0,05 e 0,08 mm.
  - **Observação:** A seleção das fibras era feita a olho nu. Enquanto que as fibras grossas têm uma coloração amarelada, as fibras finas tendem a ter uma coloração esbranquiçada quase transparentes. A fim de se determinar o diâmetro médio das fibras finas selecionadas, um histograma da distribuição do diâmetro foi confeccionado a partir da medição de 100 unidades de fibras finas aleatoriamente retiradas das fibras já selecionadas finas. Estas fibras também foram ensaiadas em tração para determinar a resistência a tração destas.
- Fibras com diâmetro aleatoriamente distribuídas (FA) onde não ocorre a seleção de fibras e a dispersão do diâmetro respeita o histograma da figura 3.13. Nesse caso a preparação das fibras pula a etapa de seleção e estas são cortadas logo após a escovação.

Um aspecto interessante de ser observado é que a densidade das FF é maior do que a FA (tabela.3.3). Assim, ao se considerar o mesmo valor de densidade para incorporação de fibras haverá uma sobreposição de resultados pois a mesma fração mássica dos dois tipos de seleção de fibras acarreta uma fração volumétrica real muito diferente. A fim de se evitarem erros os valores de densidade utilizada para os cálculos de fração volumétrica incorporados serão (Simonassi *et al.* 2012):

- **1,57 para o caso das FF.**
  - Esta densidade corresponde a densidade obtida por Weibull na tabela 3.3 para fibras de menor intervalo de diâmetro.
- **1,08 para o caso das FA.**
  - Esta densidade corresponde à média ponderada das densidades obtidas por Weibull na tabela 3.3 onde o peso de cada valor de densidade é a frequência de ocorrência das fibras em cada intervalo da tabela 3.2.

Ainda, a fim de se realizar comparações mais realistas também serão apresentados os relativos valores de fração mássica para se verificar se ocorre realmente uma variação de resistência devido a seleção das fibras ou se o aumento ocorre apenas pelo fato destas serem mais densas e, conseqüentemente, serem incorporadas em maior quantidade.

As fibras utilizadas nesse trabalho, foram incorporadas nos compósitos logo em seguida de sua retirada da estufa. Os tempos e temperatura de secagem da fibra, na estufa, são outro objeto de estudo deste trabalho.

## 4.2 A Resina Utilizada

A resina utilizada nesse trabalho foi o epóxi DGEBA com iniciador TETA. Tanto a resina quanto o iniciador foram obtidos, comercialmente, com a empresa Epoxyfiber. Para a preparação dos compósitos uma quantidade de 13% em massa de TETA é misturada ao polímero DGEBA e a mistura foi agitada por 3 minutos até a homogeneização da mistura.

## 4.3 Os Compósitos

Duas normas foram utilizadas para os ensaios de tração, ASTM D638 e ASTM D 3039/D 3039M (ASTM, 2010a; ASTM, 2010b). Devido as diferenças em geometria dos corpos de prova entre ambas as normas, dois moldes foram utilizados para a confecção dos corpos de prova.

### 4.3.1 Preparação dos Compósitos

A preparação dos compósitos consistiu, basicamente, de 4 etapas para os compósitos confeccionados segundo as duas normas. As etapas são listadas a seguir de modo a explicar a confecção dos compósitos de maneira geral, diferenças específicas entre os corpos de prova e/ ou parâmetros de processamentos singulares serão listados nos próximos subcapítulos:

- I. O molde a ser utilizado foi limpo com álcool e algodão. Caso fossem detectadas imperfeições na superfície uma lixa fina seria utilizada de maneira leve a fim de suaviza-la. Em seguida uma fina camada de graxa silicone é espalhada em

todas as faces do molde com o auxílio de um pincel para facilitar o desmolde do compósito.

- II. As fibras separadas conforme item 4.1.1 (FF ou FA) são retiradas da estufa e colocadas no molde juntamente com a mistura de resina e iniciador (DGEBA/TETA) na proporção de 13% em massa de TETA para DGEBA. Desde a retirada da estufa, o manuseio das fibras e da resina foi realizado com luvas de látex a fim de evitar contaminações. Como o volume ( $V$ ) final de ambos os moldes quando fechados são conhecidos é possível calcular a quantidade de massa de fibra ( $m_{fibra}$ ) a ser inserida para determinada fração volumétrica ( $\%Vol$ ) de fibras desejada, uma vez conhecidas as densidades das fibras (1,571 para o caso das FF e 1,081 para o caso das FA). O cálculo é bem simples e é representado pela equação 4.1:

$$\rho = \frac{m}{V} \rightarrow m = \rho V$$

$$m_{fibra} = \rho_{fibra} \%Vol \quad \text{Equação 4.1}$$

Onde é  $\%Vol$  é um volume calculado em relação ao volume interno do molde fechado,  $V$ .

A resina adicionada é posta em excesso de modo a molhar completamente as fibras. O excesso será expulso do molde que manterá, entretanto, a quantidade de fibras utilizadas confinada em seu interior.

- III. As fibras foram agitadas juntamente à resina por cerca de 25 minutos até que a resina chegasse ao ponto de gel. Em seguida, o molde é fechado e uma pressão de 5 MPa à temperatura ambiente foi colocado sobre o compósito com a resina em ponto de gel com o auxílio da prensa Skay com capacidade de até 15000 kgf que é mostrada na figura 4.2. Parte da resina irá escoar para fora do molde e a pressão irá diminuir. Nessa etapa a pressão deve ser controlada para que fique uniforme até que o molde seja completamente fechado. Como a área total dos moldes é diferente, um patamar diferente de pressão deve ser utilizado para cada molde de modo que a pressão final fique em 5MPa (aproximadamente 9000 kgf para o molde usado nos corpos de prova da norma ASTM D 3039/D 3039M e 1000 kgf para molde baseado na norma ASTM D638).



Figura 4.2 Prensa hidráulica Skay.

É importante mencionar que o ponto de gel é alcançado entre 25 e 30 minutos para a resina obtida com a quantidade de iniciador utilizado. A espera até 25 minutos foi um dado empírico obtido ao longo do trabalho de modo que a pressão pudesse ser exercida durante a cura no molde. Com o molde fechado antes do ponto de gel, a maior parte da resina é expulsa do molde pela pressão sem que haja uma interação efetiva entre as fases, enquanto que um tempo excessivamente superior faria com que a resina curasse antes do fechamento do molde.

A prensa permanece fechada por um período de 12 a 24h para que ocorra a cura do polímero. O tempo de retirada do compósito era escolhido de modo que fosse respeitado o período mínimo de 12h

- IV. Por fim os compósitos são retirados dos moldes. Em seguida os corpos de prova são cortados e lixados para acabamento quando necessário. Ao final todos os compósitos são submetidos à pós cura em até 3 dias após sua confecção em estufa a temperaturas predeterminadas.

A seguir serão mostrados os moldes utilizados e serão comentadas as peculiaridades do uso e preparação de corpos de prova destes.

#### 4.3.2 Molde ASTM D638 (ASTM. 2010a)

O molde baseado na norma ASTM D638 (ASTM, 2010a) foi projetado pelo autor deste trabalho e usinado em aço 1020 no Laboratório de Ensaio não Destrutivos, Corrosão e Soldagem (LNDC) do Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia (COPPE) da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ)

(LNDC COPPE/UFRJ). O projeto da ferramenta foi desenvolvido de modo que após a retirada do compósito de dentro do molde, este já tem suas dimensões finais de acordo com os padrões da norma necessitando apenas de um acabamento com lixa para melhora da superfície. A figura 4.3 (Simonassi, 2017) mostra alguns dos corpos de prova após a retirada destes do molde e lixados além dimensões de norma. A figura 4.4 (Simonassi, 2017) mostra a ferramenta desmontada (figura 4.4 a) e as peças que a compõem: topo que se apresenta em vista invertida (figura 4.4 b), meio (figura 4.4 c) e base (figura 4.4 d).

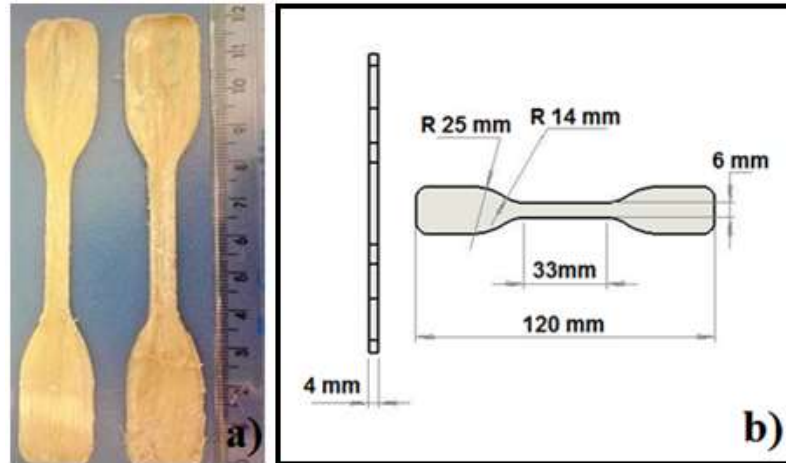


Figura 4.3 Corpos de prova de tração (a) e dimensões de norma do corpo de prova (b).

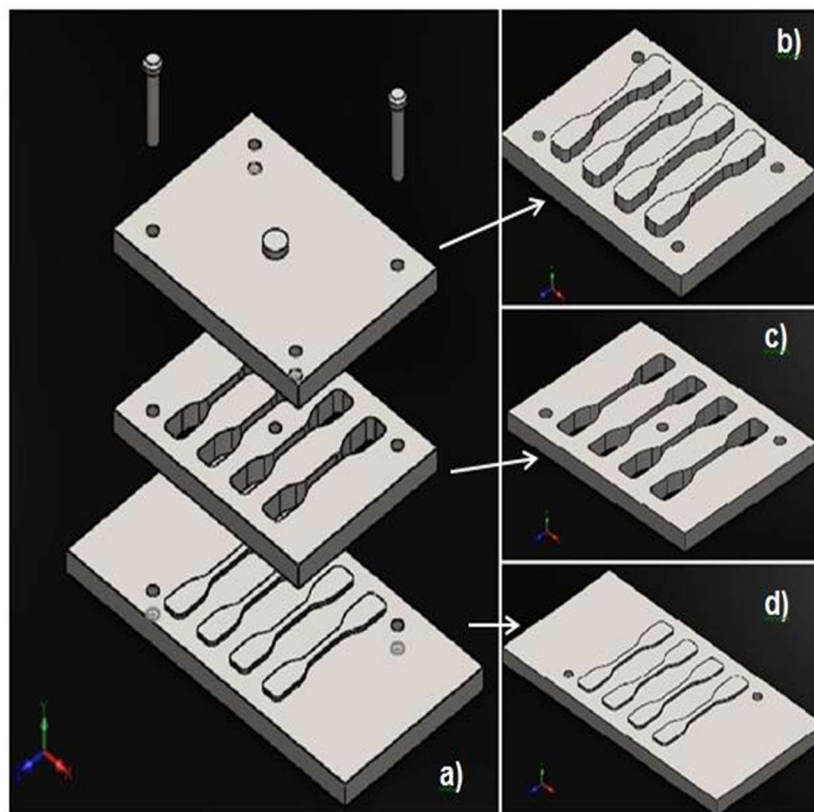


Figura 4.4 Ferramenta desmontada (a) e as peças que a compõem: topo (em vista invertida) (b), meio (c) e base (d).

Para a confecção dos compósitos nesse molde, a base é montada juntamente com o meio e são inseridas as fibras e a resina conforme descrito nas 4 etapas no item 4.3.1 Após a cura do compósito, o desmolde ocorre com a ajuda de um formão que faz alavanca entre as faces paralelas do molde (base/meio e meio/topo). Em seguida troca-se a posição do topo pela base e uma pressão é feita com o auxílio da prensa

para que os corpos de prova escorreguem. A base é feita com protuberância de apenas 2 mm para que ocorra o encaixe com o meio. Já o topo tem uma protuberância de 7 mm. A troca de posições faz com que os corpos de prova escorreguem e estes possam ser facilmente retiradas com as mãos. As rebarbas, quando ocorrem, são cortadas com uma tesoura e lixadas. Por fim as dimensões dos corpos de prova são anotadas e os mesmos são colocados em estufa para o processo de pós-cura. Como pode ser observado na figura 4.4, a cada lote, 4 corpos de prova são confeccionados.

#### 4.3.3 Molde ASTM D 3039/D 3039M (ASTM, 2010b)

O segundo molde utilizado nesse trabalho, consiste de um molde retangular onde os compósitos saem na forma de placas com dimensões de 150x120x2 mm. Estas placas, por sua vez, são cortadas segundo a norma ASTM D 3039/D 3039M (ASTM, 2010b). O molde utilizado para a confecção das placas é ilustrado na figura 4.5. Como pode ser observado, o molde é composto por duas partes, a base (figura 4.5 a) e o topo (figura 4.5 b). O fundo da base consiste de uma placa solta e a profundidade do molde pode ser ajustada adicionando-se placas adicionais. Após a inserção da resina junto com as fibras o molde é fechado com o topo e pressão é exercida no sistema.

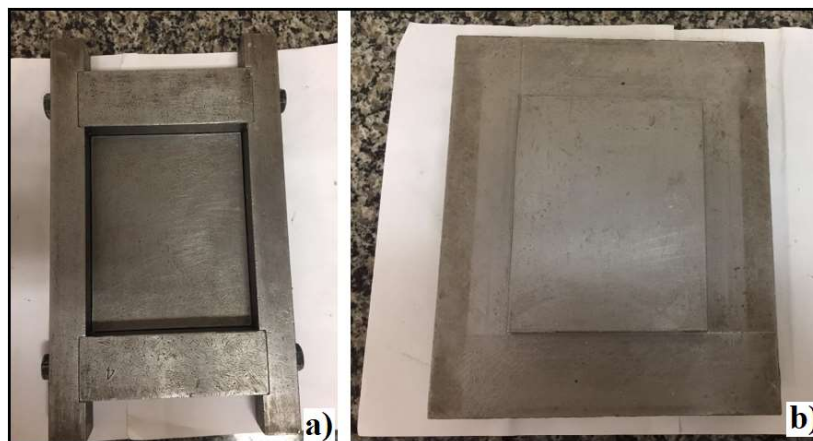


Figura 4.5 Base (a) e topo (b) do molde utilizado para a confecção das placas para os corpos de prova da norma ASTM D 3039/D 3039M

Para que as placas ficassem com uma espessura máxima de 1.5 mm, placas de mesma dimensão da placa mostrada, foram adicionadas junto à base do molde de modo a diminuir o volume final do molde, e mantendo o paralelismo de suas faces. A confecção dos compósitos, então, ocorreu seguindo os procedimentos descritos no item 4.3.1. A figura 4.6 mostra as fibras embebidas na resina dentro do molde aberto.





Figura 4.6 Molde em utilização para confecção de placas de compósitos.

Como pode ser observado, para esse molde foi confeccionada, com sucata, uma mesa vibratória que era ligada a partir da inserção da mistura resina/fibras no molde. A mesa é composta por dois motores de eixos desbalanceados de corrente contínua com voltagem de alimentação de 12 V girando entre 3000 e 3600 rpm fixos em direções ortogonais entre si, levando a uma frequência de vibração entre 50 e 60 Hz em duas direções. A mesa, por sua vez é fixada sobre a superfície por meio de ventosas. A influência da vibração foi evidente durante a confecção dos compósitos, onde bolhas eram vistas “saindo” do interior do material em grande quantidade e rapidamente. Por fim, 2 palitos de bambu foram utilizados de modo a manter o alinhamento das fibras dentro do molde até que a resina atingisse o ponto de gel.

Por fim as placas foram cortadas em dimensões de cerca de 10x120 mm gerando compósitos com dimensões de 10x120x1,5 mm. As rebarbas, quando ocorreram, foram cortadas com uma tesoura e lixadas. Por fim as dimensões dos corpos de prova são anotadas e os mesmos são colocados em estufa para o processo de pós-cura.

#### 4.4 Parâmetros de Processamento

Até então foi descrito de maneira geral como ocorreu a preparação e seleção das fibras e confecção dos compósitos. Dessa maneira o entendimento dos parâmetros de processamento estudados e as variações adotadas serão mais facilmente observados pelo leitor. Estes por sua vez serão apresentados a seguir de maneira detalhada para facilitar a discussão dos resultados obtidos.

Os parâmetros de processamento serão apresentados em ordem cronológica em que foram avaliados.

#### 4.4.1 Tempo e Temperatura Máxima de Secagem das Fibras na Estufa

A secagem das fibras em estufa antes da confecção dos compósitos gera uma melhora no desempenho mecânico, associado à melhoria na interação reforço matriz. Porém, a exposição das FNLs a temperaturas elevadas irá acarretar degradação e, conseqüente, perda de desempenho mecânico.

Assim, foi estudado qual o tempo máximo de permanência destas fibras e a que temperatura máxima podem ser expostas sem que haja perda de propriedades mecânicas, quando incorporadas no compósito por efeito de degradação.

Atualmente no Laboratório de Fibras Naturais, é utilizado a secagem das fibras em estufa por 24h a 60°C. Esse valor foi levado em consideração como um padrão pré-estabelecido. Os compósitos foram, ainda, submetidos a uma pós-cura em estufa a 60 °C por 2h. Por fim, corpos de prova divididos em 3 lotes foram confeccionados segundo os parâmetros indicados na tabela 4.1.

Tabela 4.1 Configuração de secagem dos corpos de prova para definição de tempo e temperaturas máximas de permanência das fibras na estufa.

Lote	Tempo de secagem (h)	Temperatura de Secagem (°C)
1	12	60
	<b>24 (padrão)</b>	
	48	
2	12	100
	24	
	48	
3	12	140
	24	
	48	

Os compósitos foram confeccionados com o molde baseado na norma ASTM D638 o que garante um total de 4 corpos de prova para cada temperatura e tempo de permanência. Para este estudo da secagem das fibras, os corpos de prova foram feitos com FA em 60% em fração volumétrica (~65% em fração mássica). As fibras

foram preparadas e pesadas previamente para a confecção de cada corpo de prova. Em seguida foram enroladas em papel e numeradas de 1 a 12 para cada lote. Em cada lote todas as fibras foram colocadas na mesma temperatura e foram retiradas da estufa de acordo com o tempo designado para a confecção dos compósitos.

A partir destes resultados foi possível se determinar qual a melhor relação ente temperatura/tempo de permanência das fibras na estufa para a confecção dos compósitos.

#### 4.4.2 Tempo e Temperatura Máxima de Pós-Cura da Resina Epóxi.

Nessa etapa foram confeccionados corpos de prova de resina pura a fim de se determinar quais os valores de tempo e temperatura às quais estas devem ser submetidas em pós cura visando a melhora do desempenho. As resinas foram preparadas com 13% em fração mássica de iniciador e postas a curar por 24h em temperatura ambiente em molde de silicone com dimensões da norma ASTM D638.

O topo do molde apresentado na seção 4.2.3 (figura 4.4 a) foi usado como contramolde onde a borracha silicone foi vertida ainda líquida. Após o endurecimento da borracha o molde foi retirado e utilizado para a confecção dos corpos de prova com as mesmas dimensões da figura 4.3. Após a retirada dos corpos de prova do molde estes foram lixados para melhor acabamento superficial e, em seguida, lavados e secos com papel para, enfim, serem colocados em estufa para a pós-cura nas configurações apresentados na tabela 4.2.

Tabela 4.2 Configuração dos corpos de prova para definição de tempo e temperaturas de pós-cura da resina Epóxi.

<b>Grupo</b>	<b>Número de corpos de prova</b>	<b>Tempo de Pós-cura (h)</b>	<b>Temperatura de Pós-cura (°C)</b>
Controle	4	2	60
2	3	½	100
3	3	2	
4	3	4	
5	3	½	140
6	3	2	
7	3	4	

Para diminuir o tempo total do processo, três moldes de silicone foram confeccionados de modo que um grupo pudesse ser completamente preenchido em um dia. Os corpos de prova do mesmo grupo foram postos na estufa juntos, lado a lado da estufa, de modo que não houvesse diferença de temperatura entre estes. A posição em que os corpos de prova foram colocados na estufa fica diretamente abaixo de um termômetro ao qual era possível monitorar a temperatura com a estufa fechada. Uma espera de 30 min antes da inserção dos corpos de prova na estufa se fez necessário a fim de a temperatura se estabilizar.

Os corpos de prova foram colocados grupo a grupo para que não houvesse perda de temperatura para a retirada de algum corpo de prova. Por fim, os corpos de prova esfriaram em temperatura ambiente e suas dimensões foram anotadas para posteriormente serem submetidos aos ensaios de tração.

Um trabalho adicional nesta etapa foi realizado de modo que, um corpo de prova confeccionado na forma de um cubo de dimensões de 8x8x8mm. Para tal um molde em papelão foi utilizado e o cubo foi lixado até as dimensões desejadas. Em uma das superfícies, um furo central foi confeccionado com uma broca de 8 mm de diâmetro e uma profundidade medida de aproximadamente 3,5 mm de modo que, ao ser inserido na estufa, o termômetro tocasse a superfície do interior do furo. Por fim o mesmo foi inserido na estufa a 140 °C a fim de se verificar qual o tempo mínimo em que a temperatura registrada pelo termômetro gastaria para se estabilizar em 140 °C. As dimensões do cubo foram definidas de modo a simular as espessuras mínimas dos corpos de prova de tração descritos no item 4.3.2. Este resultado também foi levado em consideração na definição da temperatura e tempo de pós-cura para os compósitos.

#### 4.4.3 Fração Volumétrica de Fibras

Os ensaios realizados para avaliar a influência das frações volumétricas de fibra, foram realizadas após os resultados finais descritos nos itens 4.4.1 e 4.4.2. A partir deste ponto os corpos de prova foram feitos com fibras secas em estufa a 60°C por 12 a 24h e submetidos a uma pós-cura à 100 °C por 2h. Estes parâmetros foram escolhidos baseados nos melhores resultados obtidos até então. O leitor deve entender que estes trabalhos foram conduzidos de modo simultâneo. Assim, a pós

cura e o tempo de secagem foram definidos com base nos resultados obtidos para esses parâmetros que serão apresentados em resultados e discussão.

Os corpos de prova foram confeccionados no molde baseado na norma ASTM D638 descrito no item 4.3.2 com frações volumétricas de FA variando de 70 a 90%. Nessa etapa um total de 12 corpos de prova foram confeccionados com cada fração volumétrica.

#### 4.4.4 Diferença no uso de Fibras Finas e Fibras Aleatórias

A separação e seleção das FF demanda tempo excessivo. Portanto os compósitos reforçados por FF foram confeccionados uma vez determinados os valores de parâmetro de processamentos contidos nas seções 4.4.1 a 4.4.3.

Assim, corpos de prova com 80% em fração volumétrica reforçados com FF foram confeccionados de modo a serem comparados com os resultados obtidos até então. As fibras utilizadas foram colocadas em estufa a 60 °C por 24h e os compósitos foram submetidos a uma pós-cura a 100 °C por 2h.

Os resultados foram comparados com os obtidos até então para compósitos reforçados por fibras aleatórias.

#### 4.4.5 Vibração Durante a Cura do Polímero e Mudança de Norma Adotada

Até então a eliminação de bolhas durante a cura dos compósitos era realizada com o auxílio de palitos de bambu em movimentos repetitivos de vibração das fibras embebidas pela resina. Esse método, apesar de ter levado a bons resultados, irá apresentar significativa diferença se o operador não for acostumado com o processo. Dessa maneira, foi confeccionada uma mesa vibratória a fim de padronizar essa etapa.

Paralelamente foi observado que o tipo de fratura obtida após os ensaios tinha influência direta com a geometria dos corpos de prova. Dessa maneira, os corpos de prova produzidos a partir desta etapa adotaram a norma ASTM D 3039/D 3039M segundo o método descrito na seção 4.3.3

Corpos de prova com 80% em fração volumétrica reforçados com FF e FA secas a 60 °C em estufa por 24h e submetidos à pós-cura por 2h a 100 °C foram confeccionados e comparados com os obtidos com os demais corpos de prova.

#### 4.5 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração foram realizados em temperatura controlada de 25° C em uma máquina INSTRON modelo 3365 a uma taxa de deformação de 2 mm/min no laboratório de ensaios mecânicos do LNDC COPPE/UFRJ. A figura 4.7 mostra a máquina de ensaio de tração.



Figura 4.7 Corpo de prova preso à máquina pronto para o ensaio.

Após o ensaio, a máquina tem dois métodos de saída de dados: um gráfico como o mostrado na figura 4.8 (Simonassi, 2017) possibilitando se obter as propriedades mecânicas do material por método gráfico; e também uma tabela contendo os valores a cada 0,05 segundos dos valores de carga em N e sua equivalente deformação em mm/mm, possibilitando uma análise estatística dos resultados. Por questões de confiabilidade, foram utilizadas as tabelas para obtenção dos resultados, enquanto que os gráficos foram utilizados apenas para conferência dos valores. A tabela 4.3, por sua vez, mostra um exemplo de como os dados são obtidos.

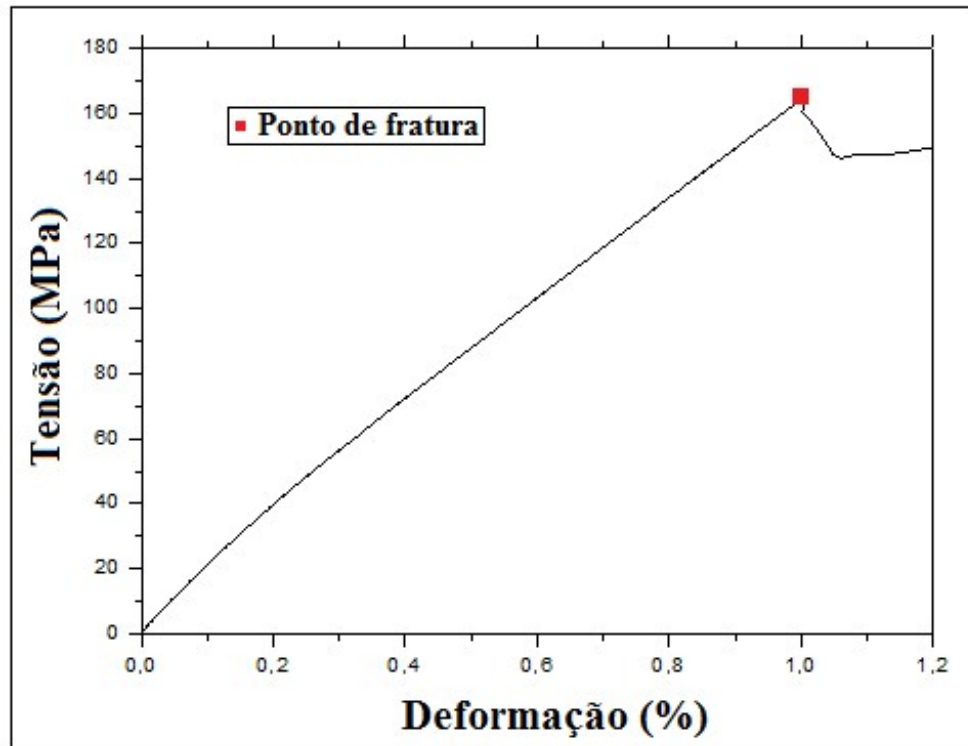


Figura 4.8 Gráfico de resultados típicos dos ensaios de tração.

Tabela 4.3 Valores de ensaio de um corpo compósito reforçado com 60% de fibras finas de curauá.

Medida	Tempo (s)	Extensão (mm)	Carga (N)	Deformação (mm/mm)
1	0	0	0,16476	-0,00001
2	0,05	0	0,15659	0
3	0,1	0,00024	0,13019	0,00001
4	0,15	0,00047	0,19219	0,00001
...	...	...	...	...

#### 4.6 Análise das Superfícies de Fratura e dos Resultados

O aspecto macroscópico da superfície de fratura foi observado por técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) de modo a se verificar os mecanismos de falha dos compósitos reforçados com fibras de curauá com o auxílio do microscópio FEI Quanta FEG 250, disponível no laboratório de microscopia do IME, mostrado na figura 4.9.



Figura 4.9 Microscópio Eletrônico de Varredura FEI Quanta FEG 250.

As observações da superfície de fratura por MEV serão apresentadas no capítulo 6 “Resultados e Discussões” e serão utilizados como explicações e justificativas dos resultados obtidos.

#### 4.7 Análise Estatística

Um dos aspectos que foi levado em conta durante este trabalho foi a dispersão dos resultados obtidos. Apesar de os principais resultados avaliados neste trabalho serem os de resistência a tração, resultados como a densidade final dos compósitos também serão apresentados e a evolução destes também será avaliado.

O método estatístico de Weibull foi utilizado nos resultados de maior relevância a fim de se obter valores de confiança.

Comparativos entre os valores obtidos e os teóricos esperados pela regra das misturas serão apresentados e discutidos.

A seguir serão apresentados os resultados obtidos neste trabalho juntamente com discussões visando o esclarecimento do comportamento observado caso a caso.



## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para um melhor entendimento dos resultados estes são apresentados conforme foram obtidos e as discussões serão conduzidas de maneira complementar, ou seja, conforme os resultados são apresentados será discutido a influência do parâmetro estudado no desempenho mecânico e os maiores valores serão tidos como parâmetros iniciais para as demais análises.

### 5.1 Análise da Resistência à Tração dos Compósitos de Matriz Epóxi Reforçados com Curauá em Função de Tempo e Temperatura de Secagem das Fibras.

Conforme descrito no item 4.4.1, compósitos de matriz epóxi reforçada com 60% em fração volumétrica de fibras de curauá (~62% em fração mássica) que foram submetidas a tempos e temperaturas variados em estufa, foram confeccionados de modo a se determinar a influência da temperatura e o tempo de secagem das fibras. Os resultados obtidos para este parâmetro de processamento são apresentados na tabela 5.1, enquanto que a tabela 5.2 mostra as equações de comportamento obtidas a partir dos resultados. Por sua vez a figura 5.1 apresenta as curvas com os dados contidos na tabela 5.1.

Tabela 5.1 Resistência a tração de compósitos reforçados por fibras de curauá secas em diferentes tempos e temperaturas em estufa.

Tempo de secagem (h)	Temperatura de Secagem das Fibras (°C)	Resistência a Tração do Compósito (MPa)	Erro relativo (desvio/média) (%)
12	60	180,9 ± 8,5	4,7
24		174,2 ± 14,2	8,2
48		166,6 ± 15,7	9,4
12	100	156,5 ± 12,2	7,8
24		157,6 ± 14,7	9,3
48		135,8 ± 14,6	10,8
12	140	100,6 ± 11,4	10,7
24		110,9 ± 12,8	11,5
48		69,5 ± 17,1	24,6

Tabela 5.2 Equações de comportamento da resistência a tração obtidas a partir de regressão linear e polinomial para compósitos reforçados por fibras de curauá secas em diferentes tempos e temperaturas em estufa.

Temperatura de Secagem (°C)	Modelo de regressão	Equações de resistência a tração “ $\sigma$ ” (MPa) em função do tempo “ $t$ ” (h)	R <sup>2</sup>	EQ.
60	Linear	$\sigma_{60} = -0,38t + 184,68$	0,94994	5.1
	Polinomial	$\sigma_{60} = 0,01t^2 - 0,81t + 189,67$	-	5.2
100	Linear	$\sigma_{100} = -0,62t + 167,39$	0,72434	5.3
	Polinomial	$\sigma_{100} = -0,03t^2 + 1,10t + 147,27$	-	5.4
140	Linear	$\sigma_{140} = -0,99t + 121,34$	0,41301	5.5
	Polinomial	$\sigma_{140} = -0,07t^2 + 3,42t + 69,85$	-	5.6

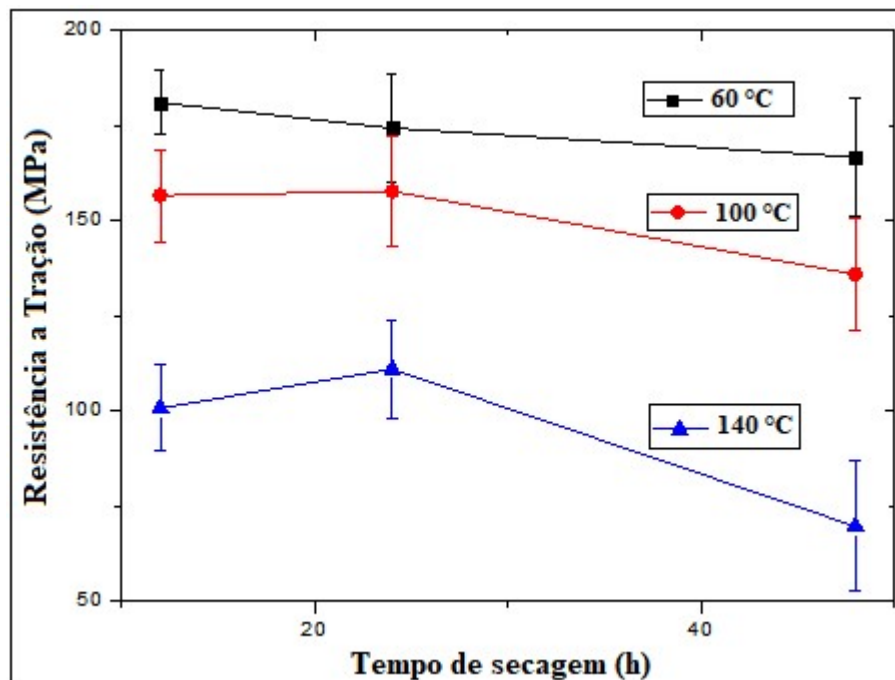


Figura 5.1 Curvas de resistência a tração dos compósitos curauá/epóxi versus tempo de secagem em estufa de fibras em diferentes temperaturas.

Ao observar os resultados contidos na tabela 5.1, pode ser observado que conforme o tempo de permanência das fibras na estufa aumenta, o erro relativo, ou seja o valor da dispersão obtida dividido pelo valor da média, também irá aumentar. A resistência a tração média associada aos compósitos, conforme esperado, irá diminuir com o maior tempo de exposição das fibras à temperatura. Ainda, com o acréscimo da temperatura, a fibra tende a se degradar e, conseqüentemente, ocorre uma diminuição nos valores médios de ocorrência e um aumento no erro relativo.

Pelas equações contidas na tabela 5.2, a única aproximação linear com um bom ajuste foi a obtida com os resultados de resistência em função do tempo para as fibras secas a 60 °C. Com o aumento da temperatura, entretanto, o valor de  $R^2$  diminui consideravelmente o que indica que o comportamento da resistência deixa de ser linear em função do tempo. Ao observar a figura 5.1 essa mudança de comportamento se elucida onde a curva correspondente 60 °C corresponde a praticamente uma reta e as demais tem um comportamento parabólico. Ainda, ao utilizarmos os valores de tempo estudados (12, 24 e 48h) nas equações 5.1 e 5.2 suprimindo-se o termo quadrático da equação 5.2, os valores obtidos são bem próximos e dentro dos intervalos de dispersão previstos o que representa um forte indicativo de que o comportamento de resistência a tração terá uma diminuição linear com o tempo de permanência na estufa a 60 °C. O mesmo não ocorre ao se comparar as demais equações para a mesma faixa de temperatura estudada. Na verdade, para as temperaturas de 100 e 140 °C as equações quadráticas (equações 5.4 e 5.6) irão obter um valor calculado bem mais próximos dos resultados obtidos do que as equações lineares (equações 5.3 e 5.5) para cada valor de tempo. Em resumo, portanto, as equações 5.2, 5.3 e 5.4 não fazem sentido a fim de se prever o comportamento desse material.

Outro aspecto a ser interpretado a partir destes resultados é a relação que existe entre ganho de desempenho do compósito pela eliminação de água da superfície da fibra em contraste à perda de desempenho por degradação da fibra. De fato, acima de 100 °C ocorrerá uma eliminação mais eficiente da umidade na superfície da fibra o que, em teoria, acarretaria uma melhoria do desempenho. Porém, a degradação das fibras naturais, de forma geral, ocorrerá a baixas temperaturas levando a uma perda de desempenho dos compósitos. Com os valores de tração obtidos nos compósitos fica mais claro como estes comportamentos irão afetar o desempenho mecânico do compósito. De forma geral, acima de 100 °C, a degradação sofrida pela fibra irá ter um efeito negativo mais evidente em relação ao ganho de desempenho do compósito, mesmo apresentando, em teoria, uma maior eficiência de retirada de água de sua superfície. De modo menos evidente, o mesmo ocorre com as fibras secas a 60 °C.

Assim foi-se definido que as fibras de curauá não devem ser secas a temperaturas superiores a 60 °C. Ainda, o tempo de permanência desta na estufa foi definido como

12 h devido ao aumento de erro relativo ocasionado por permanência das fibras em tempos excessivos na estufa.

## 5.2 Análise da Resistência à Tração da Matriz Epóxi em Função da Variação de Tempo e Temperatura de Pós-Cura.

De modo a se estabelecer uma temperatura e tempo que melhorariam o desempenho da matriz (DGEBA) curada com 13% em massa de iniciador (TETA), os corpos de prova de resina epóxi foram postos em estufa após a cura dos mesmos segundo os métodos descritos no item 4.4.2. Os resultados obtidos nessa análise são observados na tabela 5.3 que mostra os valores de resistência a tração dos polímeros submetidos a diferentes tratamentos de pós-cura. A figura 5.2 mostra as curvas plotadas a partir dos resultados obtidos na tabela 5.3. Na figura 5.2 uma linha constante aparece no patamar de resistência para o controle.

Tabela 5.3 Resistência a tração para epóxi (DGEBA) curados com 13% em fração mássica de iniciador (TETA) submetidos a diferentes tratamentos de pós-cura.

Tempo de pós-cura (h)	Resistência a Tração (MPa)		
	Temperaturas de Pós-cura (°C)		
	140	100	60 (Controle)
0.5	54,4 ± 2,0	34,7 ± 3,0	-
2	36,7 ± 1,4	52,9 ± 4,9	42,9 ± 8,6
4	27,6 ± 9,0	47,1 ± 5,8	-

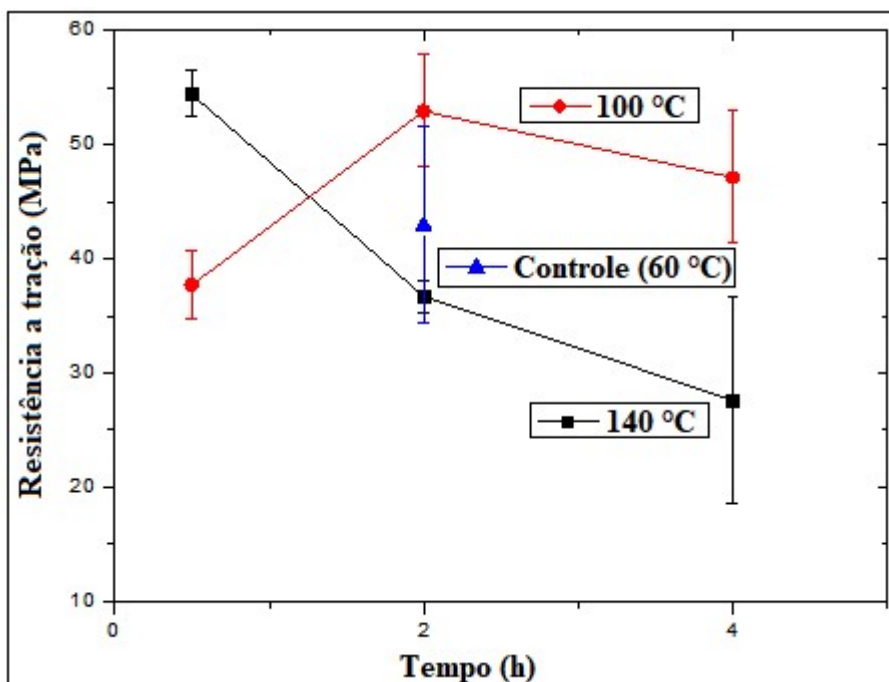


Figura 5.2 Curvas de resistência a tração versus tempo de pós-cura para epóxi submetido a diferentes temperaturas de pós-cura.

Como pode ser observado na figura 5.2 e na tabela 5.3, ocorre uma dispersão grande nos resultados nos tratamentos de pós-cura feitos com 4 horas. Isso indica que, acima de 100 °C o tempo de permanência deste material na estufa não deve ultrapassar as 2h. Ainda mais, ocorre uma baixa dispersão dos resultados nos corpos de prova submetidos a pós-cura a tempos de 30 min (1/2 h). Após 2 horas de permanência na estufa os corpos de prova submetidos a um tratamento a 100 °C foram os que obtiveram os maiores resultados de resistência a tração. Por fim, baseando-se nos elevados valores obtidos, junto a uma baixa dispersão encontrada, a escolha deste parâmetro de processamento seria a pós-cura deste material por um tempo de 30 min a uma temperatura de 140 °C.

Entretanto, com a inserção do cubo junto ao polímero na estufa, foi verificado que o mesmo demora cerca de 16 minutos para que a temperatura registrada no termômetro se estabilize em 140 °C. Além disso, considerando-se que a estufa demorará alguns minutos para que a temperatura se estabilize após sua abertura, é evidente que o polímero não fica durante os 30 minutos submetido a uma temperatura de pós-cura. Desse modo, foi-se estabelecido como 2 horas o tempo de pós cura do material a uma temperatura de 100 °C.

### 5.3 Análise da Resistência a Tração dos Compósitos em Função do Percentual de Fibra na Matriz.

Os resultados obtidos para os corpos de prova confeccionados segundo o item 4.4.3 São apresentados a seguir na tabela 5.4. Essa tabela também apresenta os parâmetros obtidos por análise de Weibull. Por sua vez, a figura 5.3 apresenta as curvas de resistência a tração obtidas pela média de Weibull em função da fração volumétrica de fibra juntamente com a curva prevista pela regra das misturas para fibras de diâmetro aleatório. A resistência do epóxi utilizada foi a obtida com o mesmo parâmetro de pós cura (52,9 MPa) enquanto a resistência das fibras (380,0) foi obtida como a média ponderada da resistência a tração de cada faixa de diâmetro contido na tabela 3.5 por sua ocorrência em cada intervalo de diâmetro contido na tabela 3.2 pelo valor de resistência de cada faixa.

Tabela 5.4 Variação da resistência a tração dos compósitos em função da fração volumétrica das fibras.

%Vol/%Mass de fibra (%)	Resistência a Tração (MPa)	Análise de Weibull			Regra das misturas
		Média (MPa)	Módulo (MPa)	R <sup>2</sup>	
70/~68	214,0 ± 12,3	219,9	18,0	0,8596	281,9
80/~75	257,2 ± 11,7	262,8	22,6	0,9566	314,6
90/~80	195,5 ± 22,1	205,8	9,1	0,9446	347,32

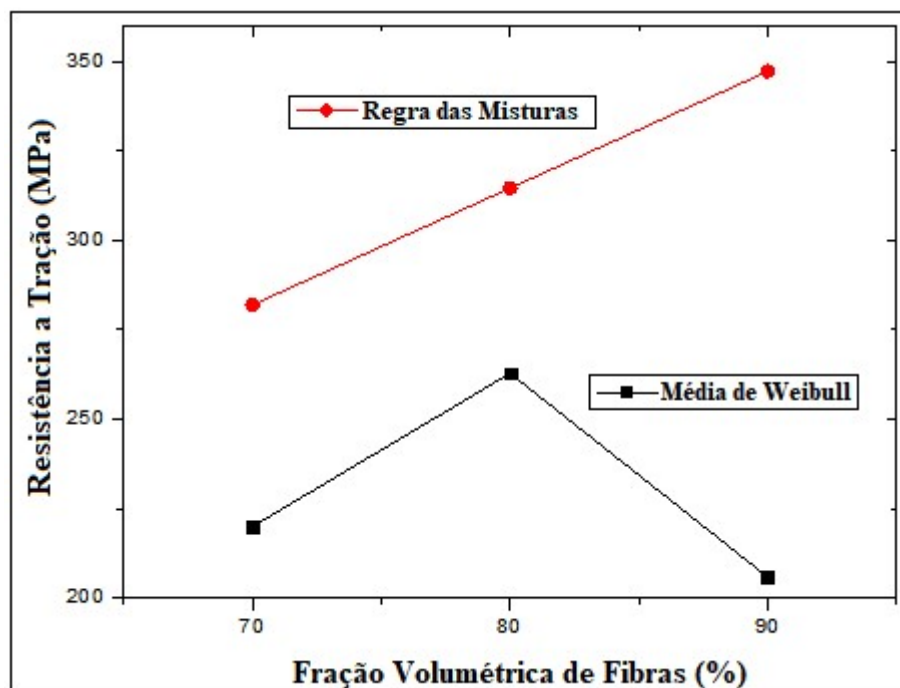


Figura 5.3 Resistência a tração dos compósitos em função da fração volumétrica de fibras.

Como pode ser observado, nos compósitos reforçados com 70 e 80% em fração volumétrica, ocorre uma diferença de cerca de 20% em relação ao esperado pela regra das misturas. Isso indica que, quando reforçados em até 80% de fração volumétrica de fibras, estas tendem a formar uma interface regular e relativamente boa com a matriz epóxi. Entretanto, com 90 % em fibras, o valor é reduzido drasticamente, o que, a princípio, estaria diferente do previsto, uma vez que essa fração volumétrica representa quase a totalidade do compósito sendo fibra. O que ocorre, na verdade, é que com 90% em fração volumétrica, a quantidade de fibra utilizada corresponde a cerca de 95% da massa total do compósito. Dessa maneira é difícil de se imaginar que a matriz se torna coesa sendo que apenas 4% da massa do compósito é composta por resina.

Outro aspecto interessante é que, como a densidade da resina é de 1,1, e da fibra em teoria seria de 1,08 a densidade do compósito nunca poderia alcançar 1,2. Entretanto esse foi o valor calculado para os compósitos reforçados por 80% em fração volumétrica. Como a área do corpo de prova é conhecida, e não varia pelo modo como esta é feita no molde descrito no item 4.3.2, o volume foi calculado multiplicando-se esta área pela espessura medida dos corpos de prova. A densidade das fibras no compósito foi então recalculada a partir de uma alteração de equação

3.2 que será explicada a seguir. Partindo-se do princípio de que este compósito é um sistema binário, a equação 3.2 ficará:

$$P_c = P_f \frac{m_f}{\rho_f V_c} + P_p \frac{m_p}{\rho_p V_c}$$

Se,  $V_c = V_f + V_p$  e  $\rho = \frac{m}{V} \rightarrow V = \frac{m}{\rho}$ , então:

$$P_c = P_f \frac{V_f}{V_c} + P_p \frac{m_p}{\rho_p V_c} = P_f \frac{(V_c - V_p)}{V_c} + P_p \frac{m_p}{\rho_p V_c} = P_f \left[ \frac{V_c - \left(\frac{m_p}{\rho_p}\right)}{V_c} \right] + P_p \frac{m_p}{\rho_p V_c}$$

Por fim,  $m_c = m_p + m_f$  e a propriedade (P) estudada é a densidade, então:

$$\rho_c = \rho_f \left[ \frac{V_c - \left(\frac{m_c - m_f}{\rho_p}\right)}{V_c} \right] + \rho_p \frac{m_c - m_f}{\rho_p V_c} \quad \text{Equação 5.7}$$

Ao aplicar os valores conhecidos de massa de fibra inseridos ( $m_f$ ), volume total de compósito ( $V_c$ ), densidade do polímero ( $\rho_p$ ), massa do compósito ( $m_c$ ) e a densidade do compósito ( $\rho_c$ ), o valor da densidade da fibra ( $\rho_f$ ) quando inserida no compósito pode ser calculada. De fato, no caso dos corpos de prova reforçados com 80% em fração volumétrica a densidade da fibra é de 1,244 (massa específica de 1,244 g/cm<sup>3</sup>). Esse fenômeno observado foi elucidado com análise da fotomicrografia obtida por MEV da secção transversal em sentido perpendicular às fibras a partir de um corte feito em uma das amostras. A figura 5.4 mostra a fotomicrografia da secção transversal de uma das amostras do compósito reforçado com 80% em fração volumétrica de FA.



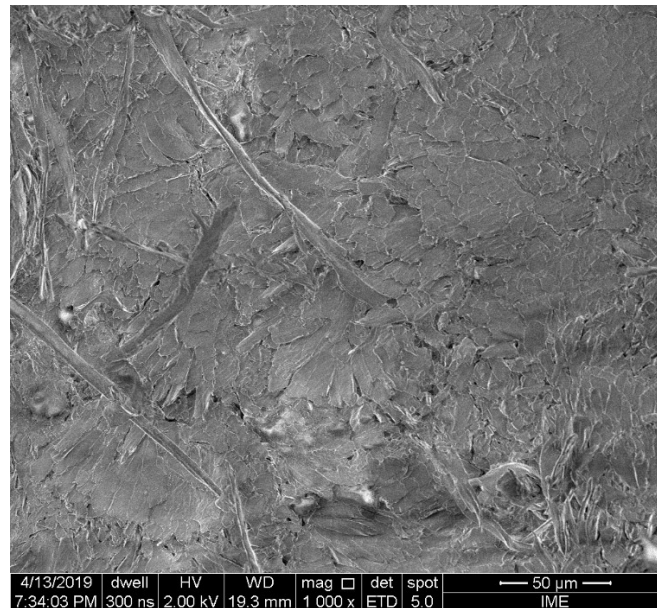


Figura 5.4 Corte de seção transversal em sentido perpendicular à orientação das fibras de compósito reforçado com 80% em fração volumétrica de FA.

Mesmo com um aumento de 1000x (figura 5.4) fica difícil visualizar a ocorrência de vazios nas fibras. Essa informação indica fortemente que a pressão exercida durante a cura dos compósitos atua de maneira efetiva sobre a matriz, comprimindo-a. Como consequência a matriz transmite a pressão sobre a fibra que acaba por selar vazios internos, tais como o lúmen, e externos fazendo com que a resina “preencha” cavidades e defeitos existentes. Porosidade, entretanto, foi observada na matriz mesmo que em baixa quantidade e em pequenas dimensões. Essa porosidade está associada principalmente a gases retidos durante a cura do polímero.

Por fim, levando-se em consideração as dispersões apresentadas na tabela 5.4, os valores superiores obtidos podem ser enxergados como uma evolução do comportamento de aumento de densidade das fibras juntamente com a maior interação das fases do compósito, enquanto que os resultados inferiores podem ser associados a perda de desempenho pela ineficiência de que o molde tem em conter completamente a resina em seu interior durante a cura. Devido a essa ineficiência, ocorre uma menor interação fibra/resina, ocasionando a perda de desempenho mecânico.

Esse comportamento também foi observado em outros compósitos e será mencionado nas próximas seções. A seguir seguem os estudos de seleção de diâmetro de fibra, vibração durante a cura do polímero e a mudança da norma de

ensaio de tração. Estes serão apresentados separadamente de modo a facilitar a interpretação. Porém, quando conveniente será mencionado como estes são interligados entre si.

#### 5.4 Diferença no uso de Fibras Finas e Fibras Aleatórias

Algumas considerações em relação a estes dados devem ser consideradas. Em um comportamento diferente dos demais, os corpos de prova para esses compósitos não se romperam em um primeiro momento. Devido a sua maior densidade, a fração volumétrica calculada de 80% de fibras resultou em um compósito com cerca de 90% em fração mássica do compósito. Com essa quantidade de fibras, o comportamento observado foi que as garras da máquina de ensaio de tração raspavam a superfície de contato do compósito com estas deixando uma grande quantidade de fibras expostas. A fibra, por sua vez, possui baixa resistência ao cisalhamento e, como com 90% em fração mássica, a superfície exposta de fibras era muito maior, constantemente as garras escorregavam quando a força de tração atingia o patamar entre 3000 e 4000 N.

Como alternativa, os corpos de prova foram lixados até uma espessura média de 2 mm e foram submetidos novamente aos ensaios. A menor resistência dos corpos de prova fez com que o material se rompesse com uma força menor. As novas dimensões foram anotadas de modo a se conseguir a resistência a tração do material. A tabela 5.5 Apresenta os resultados de resistência a tração obtidos para estes compósitos. A figura 5.5 mostra as curvas de densidade de probabilidade para os parâmetros de Weibull contidos na tabela 5.5 juntamente com os contidos na tabela 5.4

Tabela 5.5 Resistência a tração de compósitos reforçados com 80% em fração volumétrica (~90% em fração mássica) de FF de curauá.

<b>Média</b>	<b>Média de Weibull (MPa)</b>	<b>Módulo de Weibull (MPa)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>Regra das Misturas</b>
269,5 ± 13,5	275,9	21,4	0,8771	473,7

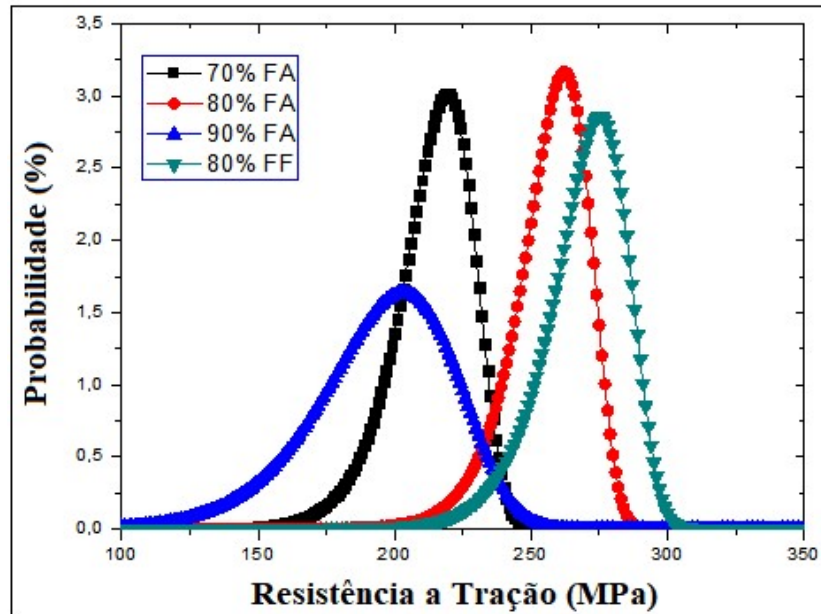


Figura 5.5 Curvas de densidade de probabilidade de ocorrência de resistência a tração para compósitos reforçados com fibras de curauá.

Como esperado, os corpos de prova reforçados com FF apresentaram um melhor desempenho mecânico do que os compósitos apresentados até então neste trabalho. A resistência a tração apresentada na tabela 5.5, mostra que o material está entre os mais resistentes compósitos reforçados por fibras de curauá, como pode ser observado na tabela 3.9. Em comparação com os valores obtidos para compósitos reforçados por FA, estes compósitos apresentam um menor erro relativo e um elevado valor de módulo de Weibull o que indica uma diminuição na dispersão dos resultados que se justifica pelo fato das FF apresentarem uma menor quantidade de defeitos.

A interface entre as fibras finas e a resina epóxi pode ser observada na figura 5.6 que mostra a superfície de fratura de um dos corpos de prova. Como as FF são mais densas e mais uniformes em suas estruturas, é de se esperar que a interface entre as fases seja melhorada em comparação com o uso de FA como reforço da matriz polimérica.

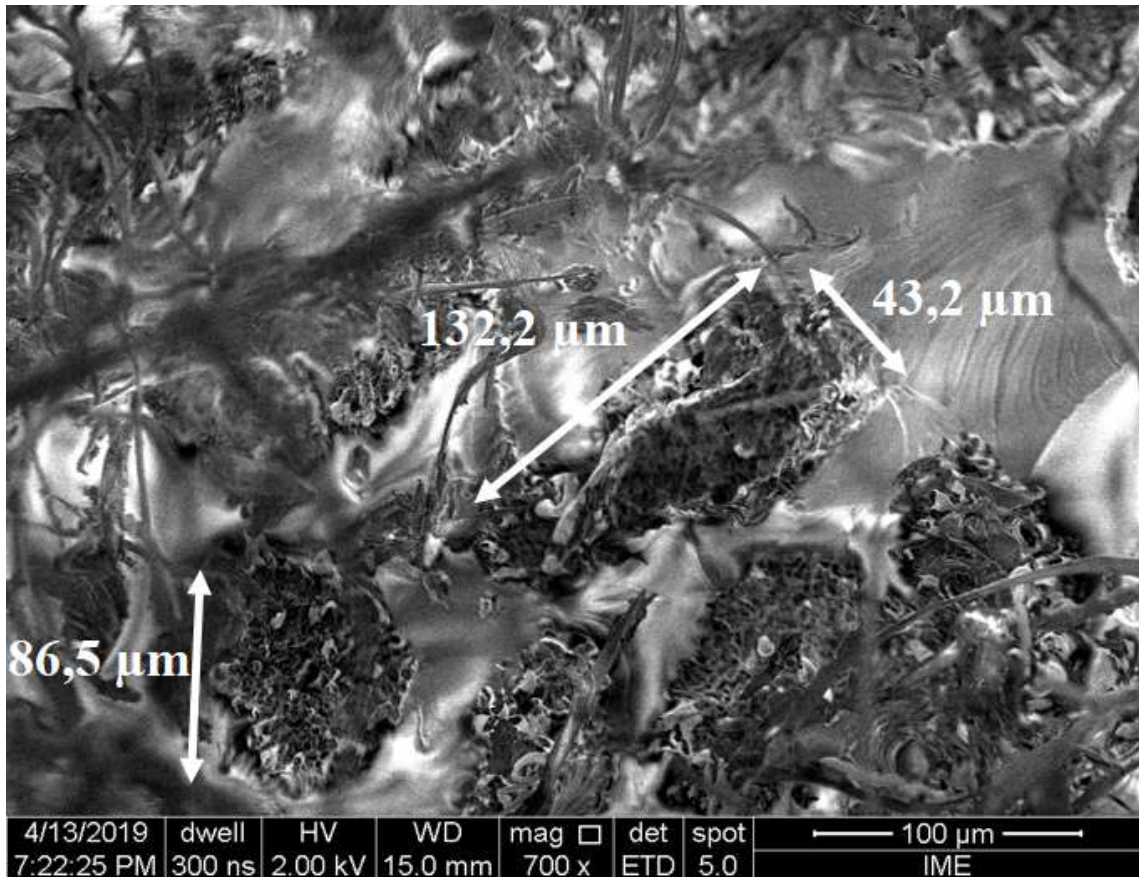


Figura 5.6 Superfície de fratura de um compósito de matriz epóxi reforçada com 80% em fração volumétrica de fibras finas de curauá.

Como pode ser visto na figura 5.6, as fibras de curauá formam uma boa interface com a matriz. A ruptura das fibras ocorre juntamente com a matriz o que também indica uma melhoria na interface entre o reforço e a matriz. Outra informação importante é que o tamanho médio das fibras está dentro do intervalo previsto para as fibras finas (tabela 3.2).

Entretanto o valor de diâmetro médio calculado para estas fibras é baseado na teoria de que estas fibras seriam cilíndricas que, entretanto, não ocorre em todas as fibras como pode ser observado na figura 5.6. Essa diferença pode ser outro fator que justifica a diferença entre a densidade das fibras aleatórias (1,08) e o valor encontrado calculado na seção 5.3 (1,2). De maneira similar ao ocorrido com as fibras aleatórias as fibras finas de curauá possuem uma densidade de cerca de 1,6 quando inserida no compósito em contraste com o de 1,54 utilizado para os cálculos de fração volumétrica.

Entretanto ao se observar o valor esperado pela regra das misturas juntamente com o obtido nos ensaios, ocorre uma diferença de quase 40% em relação ao esperado. Ao ser comparado com a diferença que ocorre com as fibras aleatórias (~20%), a conclusão seria de que a interface entre as fases seria prejudicada. Entretanto, não foi o observado ao longo da superfície de fratura dos compósitos. Na tentativa de justificar a perda de desempenho relativo ao se utilizar uma fibra mais resistente, foi observado o aspecto macroscópico dos compósitos que é apresentado na figura 5.7.



Figura 5.7 Aspecto macroscópico da fratura dos corpos de prova reforçados com 80% em fração volumétrica de fibras finas de curauá.

Apesar das fibras estarem alinhadas no interior da seção útil do corpo de prova, nas extremidades as fibras tendem a perder alinhamento em relação ao eixo de direção do carregamento. Ao início dos ensaios de tração as fibras tendem a se alinhar o que gerava um descolamento no compósito na altura de onde as garras faziam contato com o compósito. Desse modo, parte da resistência do compósito era dissipada dessa maneira e o material perdia integridade rapidamente. A ruptura final do compósito ocorre, então segundo os mecanismos de fratura esperados para esse material como pode ser observado na figura 5.7. Por sua vez, a figura 5.8 apresenta uma região próxima à superfície de fratura do corpo de prova mostrado na figura 5.7 que exemplifica bem o fenômeno de descolamento das fibras.

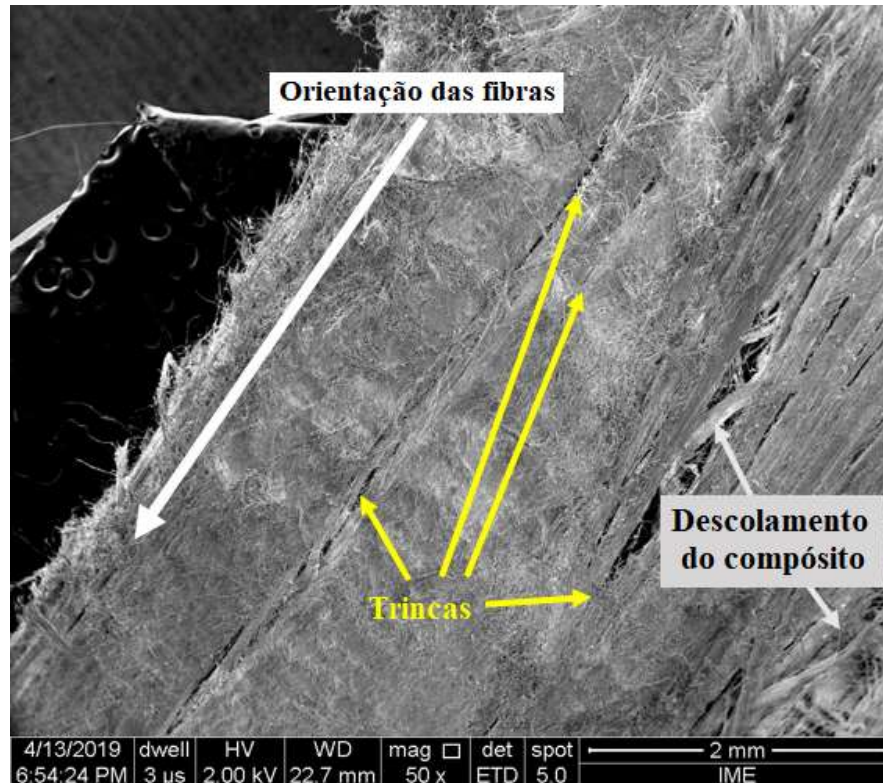


Figura 5.8 Fotomicrografia de região próxima à superfície de fratura mostrando o descolamento do compósito.

A partir dos resultados obtidos, juntamente com as análises da superfície de fratura, ficou claro que a geometria dos corpos de prova de tração influencia no desempenho dos compósitos. Dessa forma optou-se pela utilização de corpos de prova segundo a norma ASTM D 3039/3039M que melhor se adequa ao material em estudo.

## 5.5 Vibração Durante a Cura do Polímero e Mudança de Norma Adotada

### 5.5.1 A vibração durante a Cura do Polímero

Durante a confecção dos corpos de prova feitos no molde baseado na norma ASTM D368, a retirada de gases, provenientes da cura do polímero, era basicamente feita por uma agitação com palitos. Esse método obteve bons resultados, como pode ser observado pela falta de porosidade nas figuras 5.4 e 5.6. Entretanto, os bons resultados só foram obtidos, devido ao pequeno volume total do molde. Quando aplicada a pressão com o fechamento do molde, ainda, parte dos gases retidos próximos à superfície eram expulsas junto com a resina. Com o molde baseado na



norma ASTM D 3039/3039M, entretanto, o volume total do molde é bem maior, tornando o método impraticável. Dessa forma ocorreu o uso da mesa vibratória.

A mesa funcionou muito bem na confecção dos compósitos e os gases podiam ser vistos saindo do interior do material até a superfície com o passar do tempo. Depois de determinado tempo decorrido, o material tinha um aspecto homogêneo e as fibras eram mantidas alinhadas com o auxílio de palitos de bambu até a etapa de fechamento do molde na prensa. A figura 5.9 mostra uma das placas sendo confeccionada com o auxílio da mesa vibratória.



Figura 5.9 Fibras de curauá sendo alinhadas dentro do molde enquanto a mesa vibratória faz a remoção de gases do interior do polímero.

Essa nova metodologia possibilitou a confecção de placas de compósitos com até 80% em fração volumétrica de fibras de curauá (~77 % em fração mássica para as FA e ~90% em fração mássica para as FF) com espessuras de 1,8 até 2,1 mm.

#### 5.5.2 Corpos de Prova Baseados na Norma ASTM D3039/3039M

A escolha dos parâmetros de processamento para esta etapa, como quantidades de fibra, tipos de fibras e tratamento de pós cura e secagem das fibras, foram definidos a partir dos resultados já obtidos até então. Dessa forma os dois tipos de compósitos confeccionados serão comparados com os demais resultados obtidos e com os demais valores da literatura. Os resultados obtidos para os compósitos são apresentados na tabela 5.6.

Tabela 5.6 Resistência a tração de compósitos reforçados com fibras de curauá em ensaios segundo a norma ASTM D 3039/3039M.

<b>Análise de Weibull</b>						
<b>Tipo de Fibra</b>	<b>%Vol/%Mas de fibras</b>	<b>Resistência a tração (MPa)</b>	<b>Média</b>	<b>Módulo</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>Regra das misturas</b>
FA	80/~77	270,2 ± 23,3	281,1	12,1	0,8676	314,6
FF	80/~90	343,7 ± 18,2	352,7	17,2	0,8540	473,7

Como pode ser observado na tabela 5.6, o material apresentou um ganho significativo de desempenho com a seleção das FFs. No caso das FAs a média de Weibull para a resistência a tração dos compósitos mostra um valor superior aos resultados obtidos com os compósitos reforçados os compósitos reforçados por FFs em mesma fração volumétrica com nos ensaios realizados segundo a ASTM D638. Ainda, ao ser comparado com o valor teórico da regra das misturas, ocorre um desvio de aproximadamente 10% em relação ao valor real. Já para os compósitos reforçados por FFs, como esperado apresentam uma maior resistência a tração com um desvio de aproximadamente 25% em relação à regra das misturas. Mesmo apresentando um desempenho relativo ao esperado inferior que os compósitos reforçados por FAs, o uso das FFs leva a resistência a tração do compósito ao maior valor obtido até o momento para compósitos de matriz polimérica reforçada por fibras de curauá, superando os 334 MPa apresentados por Gomes *et al.* (2007). A figura 5.10 apresenta as curvas de densidade de probabilidade de resistência a tração para os resultados de Weibull contidos na tabela 5.6.



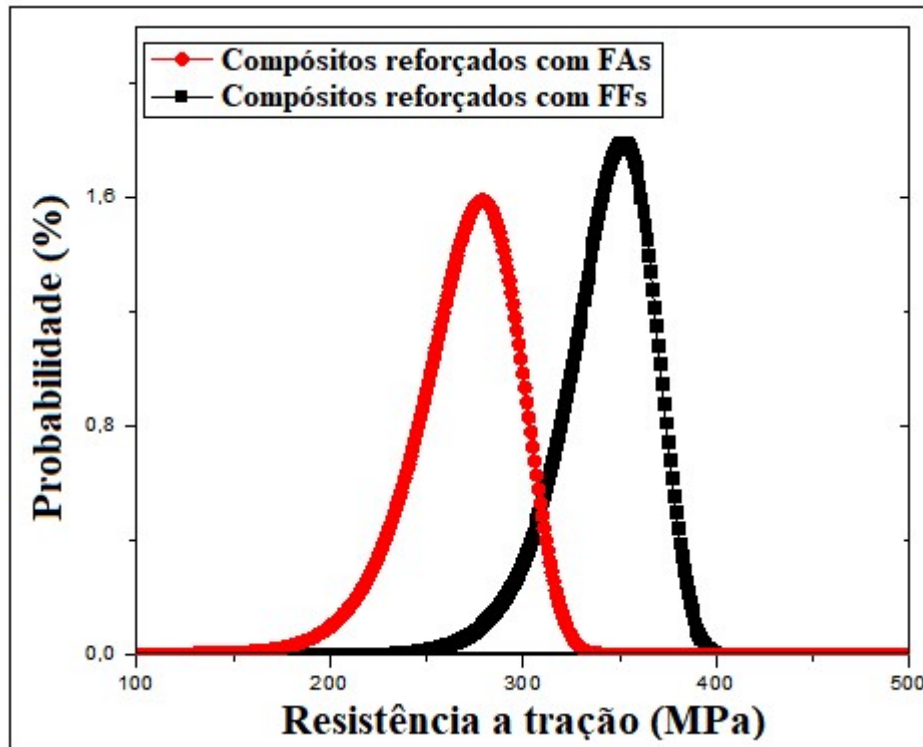


Figura 5.10 Curvas de densidade de probabilidade de ocorrência da resistência a tração de compósitos de matriz epóxi reforçada com FFs e FAs de curauá.

Como pode ser observado, com módulos de Weibull próximos, as curvas são similares. Entretanto uma maior ocorrência de evento se concentra em torno da média de Weibull para o caso dos compósitos reforçados com FFs.

As figuras 5.11, 5.12 e 5.13 mostram fotomicrografias de superfícies de fratura em direção paralela à orientação das fibras dos compósitos reforçados com fibras de curauá. Na imagem podem ser observadas as marcas de propagação das trincas pela matriz juntamente com as microfibrilas saindo da resina em um comprimento muito pequeno (cerca de 100  $\mu\text{m}$ ). Essa combinação de fatores serve como reforço à ideia de que ocorre sim a melhoria na interface entre as fases do compósito. Caso a interface fosse ruim, o esperado seria a visualização de partes inteiras da fibra saindo da matriz e também o aparecimento de vazios na resina proveniente de fibras sacadas em efeito de “*pullout*”. Ainda, a falta de fibras sacadas na matriz indica que as trincas se propagaram pela matriz alterando sua direção constantemente devido ao empecilho imposto pelas fibras justificando o aumento na resistência mecânica o que é esperado para esse tipo de material. O aspecto macroscópico da fratura é apresentado na figura 5.14.

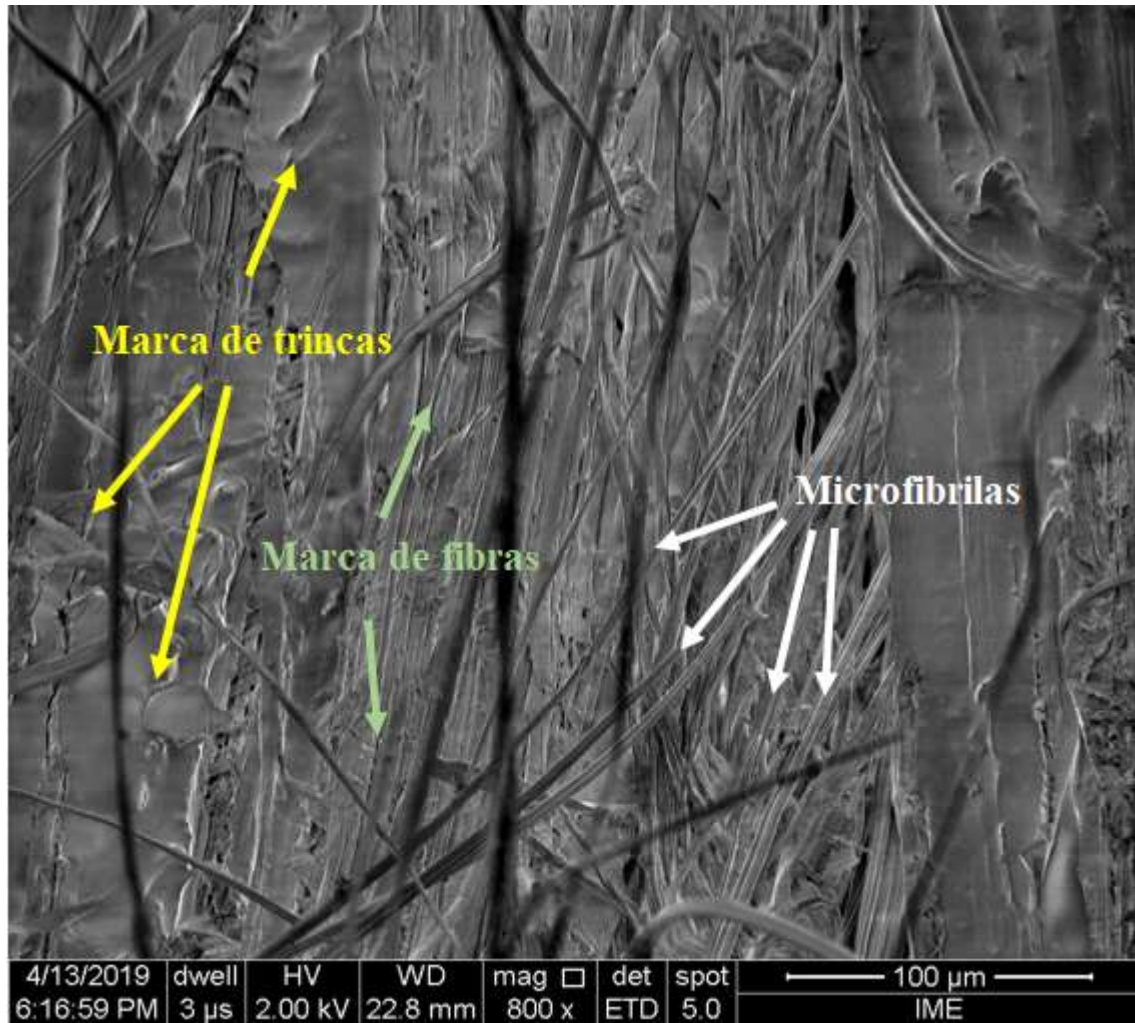


Figura 5.11 Fotomicrografia da superfície de fratura indicando microfibrilas, as marcas da fibra de curauá deixadas na matriz e as marcas de propagação de trincas dos compósitos reforçados com 80% em fração volumétrica de FAs de curauá.

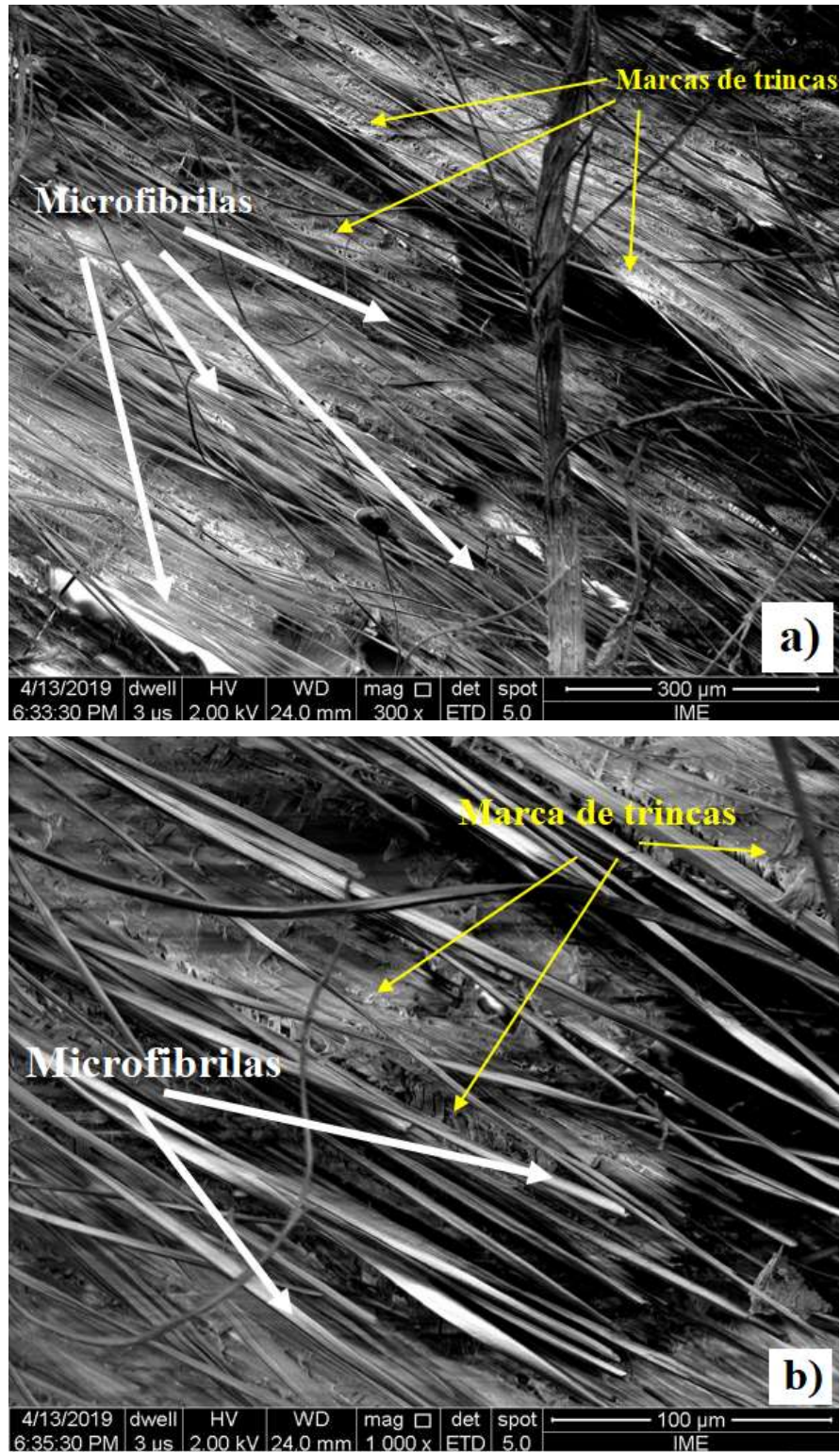


Figura 5.12 Fotomicrografia da superfície de fratura para compósitos de matriz epóxi reforçada em 80% de fração volumétrica com FFs para menor (a) e maior (b) aumento.



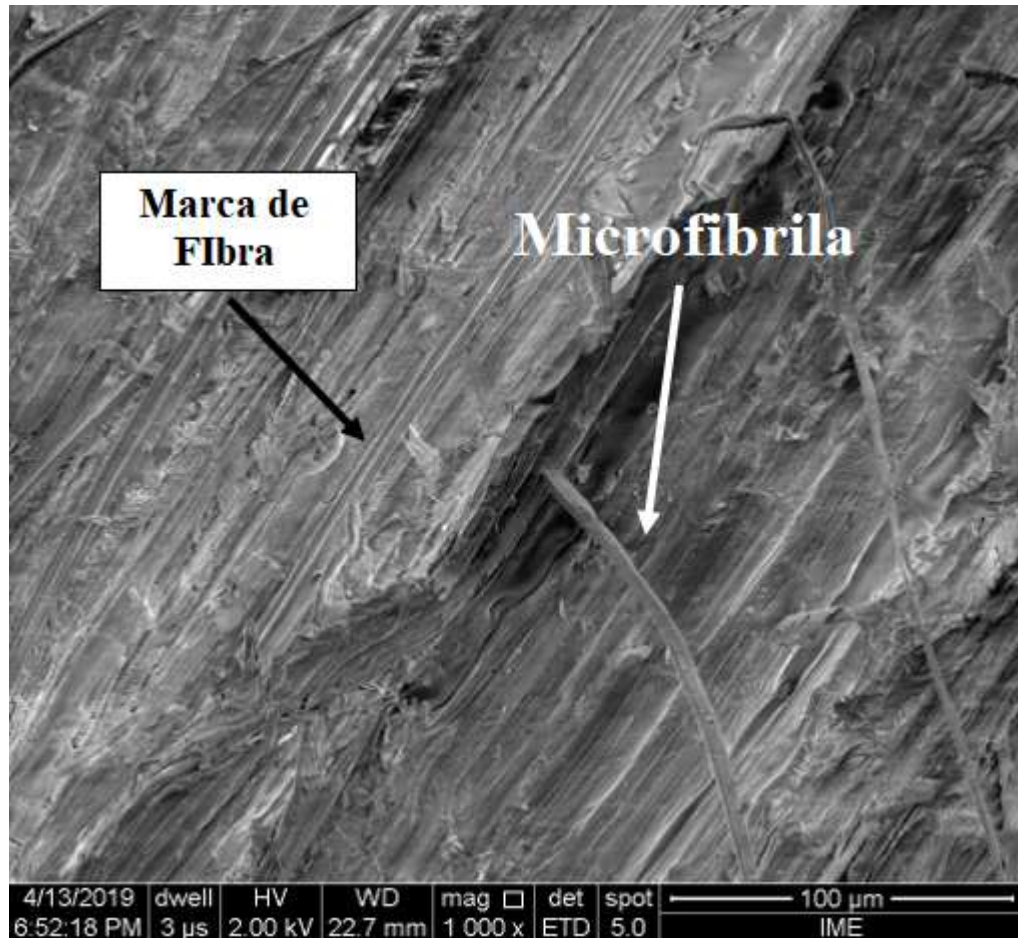


Figura 5.13 Fotomicrografia da superfície de fratura para compósitos de matriz epóxi reforçada em 80% de fração volumétrica com FFs.



Figura 5.14 Aspecto macroscópico da fratura dos compósitos reforçados com 80% em fração volumétrica de fibras de curauá.

Como pode ser observado na figura 5.14 a fratura dos corpos de prova ocorre conforme previsto pela norma ASTM D3039/3039M. As marcas das garras do equipamento de ensaio no corpo de prova mostram que não houve o escorregamento dos corpos de prova, diferentemente do ocorrido com os corpos de prova baseados na norma ASTM D638. Ainda a superfície de fratura apresentada nas figuras 5.11, 5.12 e 5.13 foi observado nos compósitos reforçados tanto com FFs quanto com FAs.

## 5.6 Considerações finais

Os resultados mostram uma variação considerável nos resultados de resistência a tração dos compósitos para diferentes parâmetros estudados. Nessa sessão serão feitas algumas considerações e comparações entre os resultados obtidos neste trabalho e os mesmos em relação aos obtidos na literatura.

Comparando os valores de resistência obtidos com os corpos de provas baseados na norma ASTM D3039/3039M (281,1 MPa para FAs e 352,7 MPa para FFs) com os obtidos dos compósitos reforçados com fibras secas à 140 °C por 48 horas ( $69,5 \pm 17,1$  MPa), ocorre um aumento de resistência de aproximadamente 4 vezes para o caso das fibras aleatórias e de até 5 vezes para o caso das fibras finas. Ainda, os compósitos que usam fibras finas são 25% mais resistentes do que os compósitos que utilizam fibras aleatórias nos corpos de prova baseados na norma ASTM D3039/3039M.

As quantidades de fibra utilizada nos compósitos também tiveram uma relevância significativa no desempenho mecânico do material. No caso dos compósitos reforçados com 80% em fração volumétrica apresentaram uma resistência a tração 20 % maior do que nos compósitos com 70% em fração volumétrica, chegando a valores de 262,8 MPa de resistência a tração. Entretanto, devido à enorme quantidade de fibras, os compósitos contendo 90% em fração volumétrica de fibras apresentaram uma perda de desempenho de 20% em relação aos compósitos com 80% em fração volumétrica conforme mostrado na seção 5.3.

A seleção de fibras finas como reforço nos compósitos levou a resultados de 275,9 MPa para os compósitos baseados na norma ASTM D638 e 352,7 MPa para os baseados na norma ASTM 3039/3039M e a análise da superfície de fratura revelou uma interface coesa entre a fibra e a matriz. Além disso, a diferença entre o valor teórico previsto pela regra das misturas e o valor real obtido pelas análises estatísticas de Weibull mostra uma diferença de, no máximo, 25%, o que indica uma boa interação entre as fases. Por fim, os resultados para estes compósitos foram os que obtiveram os menores erros relativos, o que leva a crer que a seleção de fibras finas tende a diminuir a dispersão dos resultados.

A ausência de fibras aparentemente sacadas em praticamente todas as áreas da superfície de fratura analisadas corrobora a ideia de que a pressão durante a cura, quando aplicada no ponto de gel do polímero, forma uma boa interface entre as fases. O resultado final é que as fibras se rompem juntamente à matriz e apenas algumas microfibrilas são expostas. Esse comportamento é o esperado para compósitos com boa interface.

Outra informação importante levantada nesse estudo foi o aumento da densidade final do compósito em relação ao valor teórico esperado. Esse aumento da densidade foi associado à compressão da fibra. A consequência da pressão efetiva que era transmitida através da matriz para as fibras foi a melhoria da interface provocada pelo preenchimento de espaços vazios na superfície das fibras pela matriz.

Por fim, a seleção da norma ASTM 3039/3039M é a mais adequada para esse tipo de material que, em conjunto com os demais parâmetros de processamento, tornou possível a obtenção do maior valor de resistência a tração para compósitos reforçados por fibras de curauá. O valor de 352,7 MPa ( $343,7 \pm 18,2$ ) é comparável aos valores tabelados para o aço 1020 laminado a quente (Callister Jr. e Rethwisch, 2014) o que indica o potencial de uso destes materiais em aplicações nobres.

## 6 CONCLUSÕES

A confecção de compósitos de alto desempenho mecânico com matriz epóxi reforçada por fibra natural de curauá foi possível pela definição dos parâmetros de processamento do compósito. Elevados valores de resistência a tração com baixa dispersão de resultados foram obtidos e os valores práticos dos parâmetros de processamento foram obtidos.

O tempo e a temperatura de secagem das fibras na estufa foram os parâmetros mais relevantes no estudo resultando em variações de  $69,5 \pm 17,1$  MPa para um aumento médio de 250%. Foi definido então que o tempo máximo de secagem das fibras deve ser de 24 horas em que o tempo ideal seria de 12 h em uma temperatura que não deve ultrapassar os de 60 °C. A ausência de porosidade no material bem como na interface entre fibra/matriz é um forte indicativo de que houve uma efetiva eliminação da umidade da superfície das fibras.

O estudo da pós-cura do polímero revelou que, para que o processo seja mais eficiente, uma temperatura de 100 °C por 2 h deve ser aplicada no material. Foi mostrado também que, devido ao tempo necessário para homogeneização da temperatura do polímero, um tempo superior a 30 minutos se faz necessário.

A fração volumétrica de fibras estudadas mostraram que o volume máximo de fibras a ser utilizado deve ser o de 80%. Em volumes maiores, a quantidade total de fibra é muito grande o que dificulta a dispersão das fibras homogeneamente na resina.

A seleção de fibras finas para uso no compósito apresentou aumento considerável de desempenho na resistência a tração dos compósitos. No caso dos corpos de prova baseados na norma ASTM D638, ocorreu um aumento de 5% alcançando os 275,9 MPa de resistência a tração e, para os corpos de prova baseados na norma ASTM D3039/3039M, um aumento de 25% alcançando os 352,7 MPa. Comparativamente os corpos de prova baseados na norma ASTM D638 obtiveram um menor desempenho justificado pelo modo como a fratura se inicia e se propaga no material. Foi observado assim a relevância da geometria e a disposição das fibras nos compósitos o que levou a adoção a norma ASTM D3039/3039M como ideal para avaliar o desempenho de resistência a tração destes materiais.

Desde que aplicada no ponto de gel do material, a pressão é um importante parâmetro na melhoria da interface entre as fases do compósito. Possibilitando a obtenção de valores, em média 20% abaixo do esperado pela regra das misturas.

As análises da superfície de fratura foram de extrema importância na identificação dos mecanismos de fratura apresentados pelos compósitos. A partir das imagens de microscopia eletrônica de varredura, foi observado uma boa interface entre a matriz epóxi e a fibra de curauá. Os mecanismos de fratura observados são coerentes com o esperado para compósitos com boa interface entre matriz/reforço, porém não geralmente observados na literatura para compósitos reforçados com fibras naturais.

Os valores obtidos para os corpos de prova confeccionados segundo a norma ASTM 3039/3039M reforçados com fibras finas apresentaram os maiores valores de resistência a tração de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de curauá publicados na literatura superando os 334 MPa apresentados por Gomes *et al.*, (2007). Ainda, estes resultados configuram entre os maiores valores de resistência a tração para compósitos reforçados com fibras naturais publicados até o momento.

Os principais resultados para cada parâmetro de processamento demonstraram um significativo decréscimo na dispersão dos resultados além do incremento da resistência a tração. A confecção dos compósitos sob pressão e submetidos à vibração durante a cura do polímero reforçados com 80% de fração volumétrica calculada de fibras finas secas a 60 °C por 12 horas e submetidos a uma pós-cura por 2 horas a 100 °C em placas apresentam os maiores resultados obtidos e a menor dispersão relativa encontrada. Além disso, os altos valores de módulo de Weibull obtidos são excelentes indicativos da baixa dispersão dos resultados.



## 7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Em virtude das dificuldades enfrentadas durante a elaboração deste trabalho, um estudo de mais parâmetros de processamento pode levar a uma melhora ainda maior no desempenho do material. Os parâmetros sugeridos são listados a seguir:

- O uso de bolsa de vácuo durante a cura do polímero, pode representar uma maior eficiência na eliminação de gases acarretando em uma porosidade ainda menor para o material.
- O uso de um molde com melhor selamento pode provocar uma melhora na transmissão da pressão para as fibras o que melhoraria a interface entre as fases. Nesse caso um estudo detalhado dos patamares de pressão pode ser realizado de maneira mais eficiente a fim de se aumentar o desempenho mecânico do material.
- O uso de fibras em estado natural, ou seja, extraídas por processo que não envolvam mercerização pode levar a um compósito mais resistente ou que possuam uma resistência em relação ao custo final melhor.
- Estudos de definição de parâmetros de processamento na resina, como tratamentos químicos de modo a diminuir o caráter hidrofóbico da resina pode levar a um compósito com uma interface ainda melhor diminuindo a diferença entre os valores teóricos previstos pela regra das misturas e os valores reais obtidos na prática.
- O uso de polímeros mais compatíveis como matriz

Além da definição de outros parâmetros de processamento, estudos de outras propriedades do material como ensaios térmicos e outros ensaios mecânicos além dos ensaios de tração podem ser utilizados a fim de se melhor caracterizar o material e, conseqüentemente, definir uma aplicação para estes de maneira mais eficaz.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABERNETHY, R.B.; BRENEMAN, J.E.; MEDLIN, C.H.; REINMAN, G.L. **Weibull Analysis Handbook** 1983. Disponível em: <[www.dtic.mil/dtic/tr/fulltext/u2/a143100.pdf](http://www.dtic.mil/dtic/tr/fulltext/u2/a143100.pdf)>. Acesso em 15 de maio de 2019.

ABIDIN, M.H.Z.; MOHAMAD, M.A.H.; ZAIDI, A.M.A.; MAT, W.A.W. **Experimental study on ballistic resistance of sandwich panel protection structure with Kenaf foam as core material against small arm bullet**. Appl. Mech. Mater. Vol. 315, p. 612-615. 2013.

ASTM. American Society for Testing and Materials. ASTM D 3039/D 3039M – 00: **Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix**. Composite Materials, West Conshohocken, PA, 2010b.

ASTM. American Society for Testing and Materials. ASTM D638: **Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics**, West Conshohocken, PA, 2010a.

BILCATI, G.K.; MATOSKI, A.; TRIANOSKI, R.; LENGOWSKI, E. **Potential use of curaua fiber (*Ananas erectifolius*) for cementitious production composite**. Revista Ingenieria de Construccion. Vol. 33 (2), p. 55-160. 2018.

BLEDZKI, A.; SPERBER, V.E.; FARUK, O. **Natural and wood fibre reinforcement in polymers**. Rapra Technology Ltd., Shrewsbury, UK. 2002.

BLEDZKI, A.K.; GASSAN J. **Composites reinforced with cellulose-based fibers**. Progress in Polymer Science. Vol. 4, p. 221-274. 1999.

BNDS, **Potencial de diversificação da indústria química brasileira. Relatório 6: Modelo econômico-financeiro: fibra de carbono**. Bain & Company. Rio de Janeiro. 2014. Disponível em: <[http://www.bndes.gov.br/SiteBNDES/export/sites/default/bndes\\_pt/Galerias/Arquivo\\_s/produtos/download/aep\\_fep/chamada\\_publica\\_FEPprospec0311\\_Quimicos\\_Relat6\\_Fibra\\_Carbono.pdf](http://www.bndes.gov.br/SiteBNDES/export/sites/default/bndes_pt/Galerias/Arquivo_s/produtos/download/aep_fep/chamada_publica_FEPprospec0311_Quimicos_Relat6_Fibra_Carbono.pdf)>. Acesso em: 15 de maio 2019.

BORBA, P.M.; TEDESCO, A.; LENZ, D.M. **Effect of Reinforcement Nanoparticles Addition on Mechanical Properties of SBS/Curaua Fiber Composites**. Materials Research. Vol. 17 (2), p. 412-419. 2014.

BRASIL, Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE). **Levantamento Sistemático da Produção Agrícola: Confronto das Estimativas Janeiro/Fevereiro de 2015: Brasil**. Rio de Janeiro. 2016. Disponível em: <[http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/indicadores/agropecuaria/lspa/lspa\\_201602\\_1.shtm](http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/indicadores/agropecuaria/lspa/lspa_201602_1.shtm)>. Acesso em: 15 de janeiro 2017.

BRYDSON, J.A. **Plastics Materials**. 7a ed. Oxford: Butterworth-Heinemann. UK. 1999.

CALLISTER, JR.; W.D.; RETHWISCH, D.G. **Materials science and engineering: An Introduction**. 9<sup>a</sup> ed. Hoboken: Wiley. 2014.

CHAND, N.; FAHIM, M. **Tribology of natural fiber polymer composites**. Woodhead Publishing Ltd., Cambridge, UK. 2008.

CORDEIRO, I.M.C; ANDRADE, A.C.S.; FERREIRA, G.C.; BRAGA, R.S. **Produtos e serviços ambientais do cultivo de curauá (*Ananas comosus* var. *erectifolius* (L.B.Sm.) Coppins & F. Leal, Bromeliaceae) em plantio florestal**. Base de dados de pesquisa agropecuária. Embrapa. 2009. Disponível em: <<https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/29628/1/ProdutosServicosCurua.pdf>>. Acesso em 15 de maio de 2019.

CROCKER, J. **Natural materials innovative natural composites**. Mater. Technol. Vol. 2-3 p. 174-178. 2008.

DA CRUZ, R.B.; LIMA Jr.E.P.; MONTEIRO, S.N.; LOURO, L.H.L. **Giant bamboo fiber reinforced epoxy composite in multilayered ballistic armor**. Mater. Res. Vol. 18, p. 70-75. 2015.

DA LUZ, F.S.; LIMA Jr., E.P.; LOURO, L.H.L.; MONTEIRO, S.N. **Ballistic test of multilayered armor with intermediate epoxy composite reinforced with jute fabric**. Mater. Res. Vol. 18, p. 170-177. 2015.

DA LUZ, J.F.; LENZ D.M. **Compósitos de polipropileno virgem e reprocessado com fibra de curauá obtidos por injeção**. Revista de Iniciação Científica da ULBRA. Vol. 9, p. 217-223. 2011.

DE OLIVEIRA, F.H.; HELFER, A.L.; AMICO, S.C. **Mechanical Behavior of Unidirectional Curaua Fiber and Glass Fiber Composites**. Macromolecular Symposia. Vol. 319 (1), p. 83-92. 2012.

ECODEBATE: **Projeto de cultivo do curauá (*Ananas erectifolius*) transforma realidade da agricultura familiar na Amazônia**. Disponível em: <<http://www.ecodebate.com.br/2008/08/12/projeto-de-cultivo-do-curaua-ananas-erectifolius-transforma-realidade-da-agricultura-familiar-na-amazonia/>>. Acesso em 15 de maio de 2019.

EICHHOM, S.J.; BAILLIE, C.A.; ZAFEIROPOULOS, N.; MWAIKAMBO, L.Y.; ANSELL, M.P.; DUFRESNE, A. **Review – Current international research into cellulosic fibres and composites**. J. Mat. Sci. Vol. 36, p. 2107-2131. 2001.

FARUK O.; BLEDSKY A.K.; FINK H.P.; SAIN M. **Biocomposites reinforced with natural fibers**. Progr. Polym. Sci. Vol. 37, p. 1555-1596. 2012.

FARUK, O.; BLEDZKI, A.K.; FINK, H.P.; SAIN, M. **Progress report on natural fiber reinforced composites**. Macromol. Mater. Eng. Vol. 299, p. 9-26. 2014.

FERNANDES H. **Fisiologia Vegetal: Desenvolvimento e estrutura das plantas**, 2012. Disponível em: <<http://www.fciencias.com/2012/04/19/desenvolvimento-e-estrutura-das-plantas-fisiologia-vegetal/>>. Acesso em: 15 de maio de 2019.

FERREIRA, L.B.M.; FREIRE, R.C.S; FORD, E.T.L.C. **Analysis of Failure Criteria in Laminas Reinforced with Unidirectional Curaua Fiber Fabric**. Materials Research. Vol. 22 (3), p. 1-7. 2019.

FERREIRA, S.R.; PEPE, M.; MARTINELLI, E.; SILVA, F.D.; TOLEDO, R.D. **Influence of natural fibers characteristics on the interface mechanics with cement based matrices**. Composites Part B. Vol. 140, p. 83-196. 2018.

FLORESTA ÁGUA DO NORTE. **Curauá - Ananas erectifolius**. 2019. Disponível em: <<http://www.florestaaguadonorte.com.br/galeria-da-pagina-inicial/fruta-da-amazonia/curaua/>>. Acesso em 15 de maio de 2019.

FRANCK, A. (ed.). **Bast and other plant fibers**. CRC Press LLC, Boca Raton, USA. 2005.

GOMES, A.; GODA, K.; OHGI, J. **Effects of Alkali Treatment to Reinforcement on Tensile Properties of Curaua Fiber Green Composites**. JSME International Journal. Vol. 47 (4), p. 541-546. 2004.

GOMES, A; MATSUO, T; GODA, K; OHGI, J. **Development and effect of alkali treatment on tensile properties of curaua fiber green composites**. Composites part A. Vol. 38 (8), p. 1811-1820. 2007.

GUPTA, M.K.; SRIVASTAVA, R.K. **Tensile and flexural properties of sisal fibre reinforced epoxy composite - A comparison between unidirectional and mat form of fibres**. Procedia Materials Science. Vol. 5, p. 2434-2439. 2014.

GÜVEN, O.; MONTEIRO, S.N.; MOURA, E.A.B.; DRELICH, J.W. **Re-emerging field of lignocellulosic fiber – Polymer composites and ionizing radiation technology in their formulation**. Polym. Reviews. Vol. 56, p.702-536. 2016.

HOLBERY, J.; HOUSTON, D. **Natural-fiber-reinforced polymer composites applications in automotive**. JOM. Vol. 58(11), p. 80-86. 2006.

JOHN, L. **O toque de Midas da bromelina**. Eco finanças. 2012. Disponível em: <<http://eco-financas.org.br/2012/02/o-toque-de-midas-da-bromelina/>>. Acesso em:15 de maio de 2019.

JOHN, M.J.; THOMAS, S. **Biofibers and biocomposites**. Carbohydr. Polym. Vol. 71, p. 343-364. 2008.

JUNIOR, O.G.D.; DE MELO, R.P.; SALES, R.D.; AYRES, E.; PATRICIO, P.S.D. **Processing and characterization of polyethylene/starch/curaua composites**:

**Potential for application as thermal insulated coating.** Journal of Building Engineering. Vol. 11, p. 178-186. 2017.

KALIA, S.; KAITH, B.S.; KAURS, I. (eds). **Cellulose fibers: Bio and nano-polymer composites.** Springer, New York, USA. 2011.

KU, H.; WANG, H.; PATTARACHAYAKOOP, N.; TRADA, M. **A review on tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites.** Compos. Part B. Vol. 37, p. 1552-1596. 2012.

LE, M.T.; PICKERING, K.L. **The potential of harakeke fibre as reinforcement in polymer matrix composites including modelling of long harakeke fibre composite strength.** Composites Part A. Vol.76, p.44–53. 2015.

LEÃO, A.L.; FERRÃO, P.C.; SOUZA, S.F. **State-of-the-art for extrusion and injection molding FPC: natural Fibre Plastics Composites in Brazil.** International Journal of Materials & Product Technology. Vol. 36 (1-4), p. 134-154. 2009.

LOPES, F.P.D. **Estudos adicionais dos compósitos poliméricos reforçados por fibras de curauá.** Dissertação de Mestrado, UENF- Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, RJ. 2011.

MEDINA, J.C. **Plantas Fibrosas da Flora Mundial.** Campinas, Seção de Plantas Fibrosas, Instituto Agrônômico, 1959.

MOHANTY, A.K.; MISRA, M.; DRZAL, L.T. (eds). **Natural fibers, Biopolymers and Biocomposites.** New York, Taylor & Francis. 2005.

MOHANTY, A.K.; MISRA, M.; DRZAL, L.T. **Sustainable bio-composites from renewable resources: opportunities and challenges in the green materials world.** J. Polym. Environ. Vol. 10, p. 19-26. 2002.

MOHANTY, A.K.; MISRA, M.; HINRICHSEN, G. **Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview.** Macromol. Mater. Eng. Vol. 276-277, Issue 1, p. 1– 24, Wiley, Weinheim, 2000.

MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D.; BARBOSA, A.P.; BEVITORI, A.B.; SILVA, I.L.; COSTA, L.L. **Natural Lignocellulosic Fibers as engineering materials: an overview.** Metallurgical and Materials Transactions. A. Vol. 42, p. 2963-2974. 2011a.

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. Vol. 61, p.17-22. 2009.

MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D.; NASCIMENTO, D.C.O.; FERREIRA, A.D.; SATYANARAYANA, K.G. **Processing and properties of continuous and aligned curaua fibers incorporated polyester composites.** JMR&T. Vol. 2 (1), p.2-9. 2012.

MONTEIRO, S.N.; LOURO, L.H.L.; TRINDADE, W.; ELIAS, C.N.; FERREIRA, C.L.; LIMA, E.S.; WEBER, R.P.; SUAREZ, J.M.; FIGUEIREDO, A.B.S.; PINHEIRO, W.A.; DA SILVA, L.C.; LIMA Jr., E.P. **Natural curaua fiber- reinforced epoxy composite in multilayered ballistic armor.** Metal. Mater Trans. A. Vol. 46, p. 4567-4577. 2015.

NASCIMENTO, D.C.O.; LOPES F.P.D.; MONTEIRO S.N.; **Tensile behavior of lignocellulosic fiber reinforced polymer composites: Part I piassava/epoxy.** Revista Matéria. Vol. 15, n. 2, p. 189-194. 2010.

NETRAVALI, A.N.; CHABBA, S. **Composites get greener.** Mater Today. Vol. 6, p. 22-29. 2003.

NEWMAN, R.H.; LE GUEN, M.J.; BATTLE, M.A.; CARPENTER, J.E.P. **Failure mechanisms in composites reinforced with unidirectional Phormium leaf fibre.** Composites Part A. Vol. 41(3), p. 353–359. 2010.

O'CONNOR, P.D.T.; KLEYNER, A. **Practical Reliability Engineering.** 5a ed. Chinchester: John Wiley & Sons. 2012.

OBELE, C.; ISHIDI, E. **Mechanical Properties of Coir Fiber Reinforced Epoxy Resin Composites for Helmet Shell.** Industrial Engineering Letters. Vol.5, No.7, 2015.

OCHI, S. **Tensile Properties of Bamboo Fiber Reinforced Biodegradable Plastics.** International Journal of Composite Materials. Vol. 2(1), p. 1-4. 2012.

OKSMAN, K.; WALLSTROM, L.; BERGLUND, L.A.; TOLEDO, R.D. **Morphology and mechanical properties of unidirectional sisal-epoxy composites.** J Appl Polym Sci. Vol. 84 (13), p. 2358–2365. 2002.

PAPPU, A.; PATIL, V.; JAIN, S.; MAHIDRAKAR, A.; HAQUE, R.; THAKUR, V.K. **Advances in industrial prospective cellulosic macromolecules enriched banana biofibre resources: A review.** Int. J. Biol. Macromol. Vol. 79, p. 449-458. 2015.

PEIJS, T. **Natural fibers based composites.** Mater. Technol. Vol. 15, p. 281-285. 2000.

PEMATEC TRIANGEL DO BRASIL LTDA. **Fazenda Curauá, Santarém-PA.** 2005. Disponível em: <<http://www.pematec.com.br>>. Acesso em 18 de março de 2016.

PICKERING, K. **Properties and performance of natural-fibre composites.** CRC Press LLC, Boca Raton, USA. 2008.

PICKERING, K.L.; ARUAN EFENDY, M.G.; LE, T.M. **A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance.** Comp. Part A. Vol. 83, p. 98–112. 2016.

RAMALHO, E. **A folha amazônica que virou arte**. [S.l.: s.n.], 2005 Disponível em: <[http://www1.rfi.fr/actubr/articles/068/article\\_124.asp](http://www1.rfi.fr/actubr/articles/068/article_124.asp)>. Acesso em 15 de maio de 2019.

ROHEN, L.A.; MARGEM, F.M.; MONTEIRO, S.N.; VIEIRA, C.M.F.; ARAUJO, B.M.; LIMA, E.S. **Ballistic efficiency of na individual epoxy composite reinforced with sisal Fibers in multilayered armor**. Mater. Res. Vol. 18, p. 55-62. 2015.

RONG, M.Z.; ZHANG, MQ.; LIU, Y.; YANG, G.C.; ZENG, H.M. **The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites**. Compos Sci Technol. Vol. 61(10), p. 1437–1447. 2001.

ROSSA, L.V.; SCIENZA, L.C.; ZATTERA, A.J. **Effect of curaua fiber content on the properties of poly(hydroxybutyrate-co-valerate) composites**. Polymer Composites. Vol. 35 (4), p. 450-456. 2013.

SAHED, D.N.; JONG J.P. **Natural fiber polymer composites: a review**. Advances in polymer technology. Vol. 18, p. 351-363. 1999.

SANTAFÉ JR., H.P.G.; LOPES, F.P.D.; COSTA, L.L.; MONTEIRO, S.N. **Tensile Behavior of lignocellulosic reinforced polyester composites: Part III coir fiber**. Revista Matéria. Vol. 15, n. 2, p. 202-207. 2010.

SATYANARAYANA, K.G.; ARIZAGA, G.C.; WYPYCH, F. **Biodegradable composites based on lignocellulosic fiber: an overview**. Progress in Polymer Science. Vol. 34, p. 982-1021. 2009.

SHAH, D.U. **Developing plant fibre composites for structural applications based polymer composite parameters: A critical review**. Journal of Material Science. Vol. 48(18), p. 6083-6107. 2013.

SIMONASSI, N.T. **Compósitos de matriz poliéster incorporados com fibras de curauá: análise do comportamento da resistência à tração com diferentes parâmetros**. Monografia de Engenharia da Universidade Estadual do Norte Fluminense UENF, Campos dos Goytacazes, RJ. 2015.

SIMONASSI, N.T. **Resistência a tração de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras naturais de curauá de alto desempenho**. Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, RJ. 2017.

SIMONASSI, N.T.; BRAGA, F.O.; MONTEIRO, S.N. **Processing of a Green Fiber-Reinforced Composite of High-Performance Curaua Fiber in Polyester**. JOM. Vol. 70 (10), p. 1958-1964. 2018.

SIMONASSI, N.T.; CARREIRO, R.S.; LOYOLA, R.L.; MARGEM, F.M.; MONTEIRO, S.N. **Weibull analysis of the density and elastic modulus of curaua fibers with different diameters**. In: 67º Congresso Internacional da Associação Brasileira de

Metalurgia, Materiais e Mineração, 2012, Rio de Janeiro, RJ. Anais do 67º Congresso International ABM, Vol. 1. p. 2342-2351. 2012.

SUMMERSCALES, J.; DISSANAYAKE, N.; VIRK, A.S.; HALL, W. **A review of bast fibres and their composites. Part 2 – Composites.** Compos. Part A Vol. 41, p. 1336-13344. 2010a.

SUMMERSCALES, J.; DISSANAYAKE, N.; VIRK, A.S.; HALL, W. **A review of bast fibres and their composites. Part 1 – Fibers as reinforcement.** Compos. Part A. Vol. 41, p. 1329-1335. 2010b.

THAKUR, V.K.; THAKUR, M.K; GUPTA, R.K. Review: **Raw natural fibers based polymer composites.** Intl. J. Polym Anal. Charact. Vol. 19, p. 256-271. 2014.

THOMAS, N.; PAUL, S.A.; POTHAN, L.A. DEEPA, B. **Natural fibers: structure, properties and applications.** In: KALIA, S.; KAITH, B.S.; KAUR, I. eds. **Cellulose fibers: Bio and Nano-polymer composites.** Berlin-Heidelberg, Germany: Springer – Verlag. P. 3-42. 2011.

WAMBUA, P.; VANGRIMDE, B.; LOMOV, S.; VERPOEST, I. **The response of natural fibre composites to ballistic impact by fragment simulating projectiles.** Compos. Struct. Vol. 77, p. 232-240. 2007.

WOOL, R.; SUN, X.S. **Bio-based Polymer and composites.** Elsevier Science and Technology Books, New York, USA. 2005.

ZAH, R.; HISCHIER, R.; LEAL, A.L.; BRAUN, I. **Curaua fibers in automobile industry – a sustainability assessment.** J. Clean. Prod. Vol. 15(11-12), p. 1032-1040. 2007.

ZINI, E.; SCENDOLA, M. **Green composites – An overview.** Polym. Compos. Vol. 32, p. 1905-1915. 2011.

ZUKOWSKI, B.; SILVA, F.D.; TOLEDO, R.D. **Design of strain hardening cement-based composites with alkali treated natural curaua fiber.** Cement & Concrete Composites. Vol. 89, p. 150-159. 2018.