CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA CELSO SUCKOW DA FONSECA – CEFET/RJ

DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO - DIPPG

INFLUÊNCIA DE TRATAMENTOS SUPERFICIAIS EM COMPÓSITOS HÍBRIDOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS

Rosemere de Araujo Alves Lima

Dissertação apresentada ao Programa/Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia dos Materiais - PPEMM, do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título/certificado de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia dos Materiais.

Orientadora: Doina Mariana Banea
Coorientador: Hector Reynaldo Meneses Costa

Rio de Janeiro
Agosto de 2018

INFLUÊNCIA DE TRATAMENTOS SUPERFICIAIS EM COMPÓSITOS HÍBRIDOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS

Dissertação apresentada ao Programa/Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia dos Materiais - PPEMM, do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título/certificado de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia dos Materiais.

Rosemere de Araujo Alves Lima

Banca Examinadora:

_____

Presidente - Professora Doina Mariana Banea, PhD (CEFET/RJ) (Orientadora)

_____

Professor Hector Reynaldo Meneses Costa, D. Sc. (CEFET/RJ) (Coorientador)

_____

Professor Ricardo Alexandre Amar Aguiar, PhD (CEFET/RJ)

_____

Professora Marília Garcia Diniz, D. Sc. (UERJ)

Rio de Janeiro
Agosto de 2018

CEFET/RJ – Sistema de Bibliotecas / Biblioteca Central

L732 Lima, Rosemere de Araujo Alves
Influência de tratamentos superficiais em compósitos híbridos reforçados com fibras naturais / Rosemere de Araujo Alves Lima.— 2018.
77f. : il.color. , grafs. , tabs. ; enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2018.
Bibliografia : f. 75-77
Orientadora : Doina Mariana Banea
Coorientador : Hector Reynaldo Meneses Costa

1. Nanocompósitos (Materiais). 2. Fibras naturais. 3. Tecnologia dos materiais. 4. Engenharia mecânica. I. Banea, Doina Mariana (Orient.). II. Costa, Hector Reynaldo Meneses (Coorient.). III. Título.

CDD 688.9

Elaborada pela bibliotecária Mariana Oliveira CRB-7/5929

“Una volta che abbiate conosciuto il volo, camminerete sulla terra guardando il cielo,
perchè là siete stati e là desiderete tornare”.
(Leonardo da Vinci)

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por sempre me iluminar, confortar o meu coração e ter guiado todos os meus passos ao longo da vida.

À memória da minha mãe que estaria orgulhosa da pessoa que me tornei, ao meu pai Antonio Alves Lima e a minha madrasta Elania Lucia Rodrigues Afrizio Lima serei eternamente grata por terem me educado, lapidado meu caráter e por, apesar de todas as dificuldades que enfrentamos ao longo do caminho, sempre terem me apoiado.

Aos meus irmãos Isabel de Araujo Alves Lima e Gabriel Rodrigues Afrizio Alves Lima que são as joias da minha vida e me ensinaram de pequena a importância e a responsabilidade de saber dividir as coisas, além de me apresentarem o significado da amizade verdadeira.

A todos os amigos que me acompanharam e apoiaram nesta jornada do mestrado, em especial Daniel Cavalcanti, Jorge Neto, Débora Kelly, Victor Hugo, Pâmella Fógos, Brenno Duarte, Júlia Bonaldo, Yuri Salles, Felipe Eiras e todos os demais que não nomeei aqui, muito obrigada!

Ao grupo de pesquisa em adesivos da Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, em especial ao Professor Lucas F. M. da Silva por sua brilhante orientação e generosidade durante o período sanduíche que estive em seu grupo de pesquisa. Aos excelentes amigos portugueses (Ricardo Carbas, José Machado, Guilherme Viana, Eduardo Marques, Marcelo Costa, Ana Loureiro e Ana Queirós) que serei eternamente grata por todos os ensinamentos repassados, por todo o carinho e amizade que me foram dedicados.

Ao CNPq e ao CEFET/RJ por terem financiado a minha bolsa de estudos e todos os materiais necessários para que fosse possível a execução deste trabalho.

Aos alunos de iniciação científica Matheus Fernandes, Lucas Medina e José Lucas por todo o auxílio na execução dos testes durante o projeto e pela convivência ao longo deste período. Aos amigos da equipe Venturi de Aerodesign, por muitas vezes no cederem a oficina e ferramentas para que fosse possível a execução deste trabalho.

Aos meus orientadores Doina Mariana Banea e Hector Reynaldo que sempre acreditaram no meu potencial e me apoiarem ao longo das minhas escolhas acadêmicas; por terem ultrapassado as barreiras de educadores e se tornarem meus amigos; e por

estarem diretamente ligados a todos os meus feitos acadêmicos, obrigada.

A todos os professores que por vocação nunca desistiram da sua profissão e são os grandes responsáveis pelas nossas conquistas pessoais e profissionais. Em especial aos professores Ricardo A. Amar, Juliana Basílio e Silvio de Barros que também contribuíram para a execução deste trabalho.

Agradeço também ao laboratório NANOFAB da UERJ por disponibilizarem a utilização do microscópio eletrônico de varredura, ao Laboratório de Adesão e Aderência (LAA) do Instituto Politécnico da UERJ em Nova Friburgo, em especial aos Prof. Eduardo Sampaio e Jane Mattos, por disponibilizar o silano hidrolisado para a realização dos tratamentos químicos superficiais das fibras, e ao IME (Instituto Militar de Engenharia) por nos doar toda a fibra de curauá utilizada neste trabalho.

RESUMO

Influência de tratamentos superficiais em compósitos híbridos reforçados com fibras naturais

A utilização de fibras naturais para a produção de materiais compósitos tem ganhado cada vez mais destaque no âmbito industrial e acadêmico, devido ao baixo consumo de níveis energéticos para a produção destes materiais. Além de serem menos agressivos ao meio ambiente e, parcialmente a totalmente, biodegradáveis. Porém, a aplicação de fibras naturais em materiais compósitos de matrizes poliméricas apresenta limitações devido à baixa resistência deste tipo de fibras e à baixa adesão interfacial entre as fibras e a matriz polimérica comprometendo as propriedades mecânicas do produto final. Dessa forma, diversas pesquisas foram realizadas a fim de melhorar as propriedades adesivas entre a interface fibra/matriz dos compósitos reforçados com fibras naturais através da utilização de tratamentos químicos na superfície da fibra; e sobre a utilização de compósitos híbridos interlaminares, ou seja, com camadas de diferentes tipos de fibras (naturais e/ou sintéticas) com o intuito de aumentar a resistência do laminado. Entretanto, poucos estudos focaram na utilização de compósitos híbridos intralaminares, ou seja, camadas com diferentes tipos de fibras trançadas entre si. Sendo assim, este trabalho tem como objetivo verificar a influência dos tratamentos químicos de alcalinização e silanização na resistência ao cisalhamento interfacial das fibras de juta, curauá e rami em matrizes poliméricas, utilizadas na fabricação de compósitos híbridos intralaminares do tipo juta+ rami, juta+ curauá e juta+ fibra de vidro. Para tal foram realizados os testes de *pull out*, *fragmentation test* e *short beam* -teste de flexão em três pontos, com a finalidade de avaliar a resistência ao cisalhamento interfacial real e aparente. Em seguida foi realizada uma análise em microscopia ótica e eletrônica de varredura a fim de caracterizar as superfícies de fratura dos corpos de prova. Os resultados de *pull out* apresentaram grande dispersão e pouca efetividade na determinação do cisalhamento interfacial fibra/matriz dos casos estudados. Já os resultados do *fragmentation test* apresentaram melhores resultados referentes a adesão interfacial dos compósitos estudados e uma maior reprodutibilidade dos corpos de prova. Com o ensaio de *short beam* avaliou-se o comportamento do compósito híbrido quanto a propagação de trincas e delaminação das fibras até a sua ruptura. Todos os ensaios apresentaram resultados similares comprovando a eficiência de tratamentos químicos superficiais na melhora da adesão interfacial e das propriedades mecânicas dos compósitos híbridos, além da redução da formação de vazios.

Palavras-chave: Compósitos híbridos; Fibras naturais; Adesão interfacial; *Pull out test, Fragmentation test; Short beam test.*

ABSTRACT

Influence of surface treatments on hybrid composites reinforced with natural fibers

The use of natural fibers for the production of composite materials has gained increasing prominence in the industrial and academic research, due to the low levels of energy consumption during the production of these materials. In addition, they are less aggressive to the environment and are partially to totally biodegradable. However, the application of natural fibers in composite materials of polymer matrices has limitations due to the low resistance of this type of fibers and low interfacial adhesion between the fibers and the polymer matrix compromising the mechanical properties of the final product. In this way, several researches were carried out to improve the adhesive properties between the fibers / matrix interface of the composites reinforced with natural fibers using chemical treatments on the surface of the fiber. The use of interlaminar hybrid composites, that is, with layers of different types of fibers (natural and / or synthetic) in order to increase the strength of the laminate was also studied. However, few studies focused on the use of intraply hybrid composites, that is, layers with different types of fibers braided together. The main purpose of this study was to verify the influence of chemical treatments of alkalization and silanization on the interfacial shear bond strength of jute, curauá and rami fibers in polymer matrices used in the manufacture of jute + rami, jute + curauá and jute + fiberglass composites. For this purpose, the pull out test, fragmentation test and short beam-three point-bending test were performed to evaluate the resistance of real and apparent fiber / matrix interfacial shear. An optical and electronic scanning microscopy analyses was done in order to examine the fracture surfaces of the specimens tested. The results of pull out presented great dispersion and little effectiveness in the determination of interfacial shear fiber / matrix of the studied cases. The results of the fragmentation test presented better results regarding the interfacial adhesion of the studied composites and a greater reproducibility of the specimens. The short beam test evaluated the behavior of the hybrid composite in terms of crack propagation and fiber delamination until its rupture. All the tests presented similar results proving the efficiency of superficial chemical treatments in the improvement of the interfacial adhesion and the mechanical properties of the hybrid composites, besides the reduction of voids formation.

Keywords: Hybrid composites; Natural fibers; Interfacial adhesion; Pull-out test, Fragmentation test; Short beam test.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Utilização de fibras naturais em automóveis 15
Figura 2: Classificação das fibras de reforço. 19
Figura 3: Morfologia fibras vegetais. 20
Figura 4: Variação na resistência da fibra de acordo com a sua morfologia. 21
Figura 5: Imagens M.E.V. (A) Curauá; (B) Juta; (C) Rami e (D) Sisal. 23
Figura 6: Classificação materiais compósitos. 25
Figura 7: Classificação compósitos híbridos. 26
Figura 8: Efeito do tratamento superficial em fibras de sisal. 30
Figura 9: Efeito do tratamento superficial nas propriedades mecânicas da fibra de sisal. 31
Figura 10: Sequência de tratamento químico empregada. 37
Figura 11: Sequência de fabricação de corpos de prova. 38
Figura 12: Corpo de prova teste de tração fibra única. 38
Figura 13: Molde para produção de amostras para teste de pull out. 39
Figura 14: corpos de prova para teste de pull out. 40
Figura 15: Diferença entre corpos de prova teste de pull out (A) e fragmentation test (B). 41
Figura 16: Produção molde de silicone. (A) posicionamento modelos (B) produção molde de silicone (C) molde finalizado. 42
Figura 17: Corpo de prova fragmentation test. 43
Figura 18: Fabricação tecidos híbridos. 43
Figura 19: Laminação compósitos híbridos. 44
Figura 20: Corpos de prova short beam test. 44
Figura 21: Esquema corpo de prova teste de pull out. 45
Figura 22: Tipos de fixação teste de pull out (a) FBC (b) RTC. 47
Figura 23: Norma ASTM 2344. 48
Figura 24: Detalhe garra teste de pull out. 49
Figura 25: Micrografias MEV – (A) Juta sem tratamento, (B) Juta alcalinizada, (C) Juta tratamento misto 52
Figura 26: Micrografias MEV – (A) Rami sem tratamento, (B) Rami alcalinizada, (C) Rami tratamento misto 53
Figura 27: Micrografias MEV – (A) Sisal sem tratamento, (B) Sisal alcalinizada, (C) Sisal tratamento misto 54
Figura 28: Micrografias MEV – (A) Curauá sem tratamento, (B) Curauá alcalinizado e (C) Curauá tratamento misto. 55
Figura 29: Diâmetro das fibras – (A) Juta sem tratamento, (B) Juta alcalinizada, (C) Juta tratamento misto. 56
Figura 30: Diâmetro das fibras – (A) Rami sem tratamento, (B) Rami alcalinizada, (C) Rami tratamento misto. 57
Figura 31: Diâmetro das fibras – (A) Sisal sem tratamento, (B) Sisal alcalinizada, (C) Sisal tratamento misto. 58
Figura 32: Diâmetro das fibras – (A) Curauá sem tratamento, (B) Curauá alcalinizado e (C) Curauá tratamento misto. 59
Figura 33: Tensão máxima de ruptura em função do tipo de fibra. 60
Figura 34: (a) comprimento extra de englobamento; (b) ruptura no fio. 62
Figura 35: Tensão máxima de ruptura - conjunto de fibras. 63
Figura 36: Comprimento crítico de englobamento - curauá alcalinizada. 65
Figura 37: Comprimento crítico de englobamento - juta sem tratamento. 65

Figura 38: Resultado da tensão de cisalhamento interfacial (MPa) para as fibras estudadas..... 66
Figura 39: Corpo de prova após ensaio. 68
Figura 40: Resultados short beam test – compósitos híbridos de 2 camadas. 69
Figura 41: Resultados short beam test - compósitos híbridos 3 camadas. 70
Figura 42: Curvas típicas de força x deslocamento para compósitos híbridos..... 71

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Características físicas e mecânicas das fibras vegetais. 22
Tabela 2: Propriedades físico-químicas das fibras selecionadas 23
Tabela 3: Propriedades mecânicas compósitos híbridos. 27
Tabela 4: Propriedades mecânicas compósito piaçava/epóxi. 32
Tabela 5: Diâmetro dos fios. 34
Tabela 6: Propriedades resina AR260. 35
Tabela 7: Tipos de amostra teste de pull out. 41
Tabela 8: Velocidades dos ensaios. 49
Tabela 9: Diâmetro das fibras únicas. 59
Tabela 10: Resultados teste de tração fibra única 61
Tabela 11: Propriedades mecânicas - conjunto de fibras naturais. 64
Tabela 12: Resultados detalhados fragmentation test. 67
Tabela 13: Resultados detalhados - short beam test. 69
Tabela 14: Resultados detalhados - short beam test. 70

SUMÁRIO

Capítulo 1 14
Introdução 14
1.1. Motivação 15
1.2. Objetivos geral e específicos 16
1.3. Metodologia 16
1.4. Organização do trabalho 17
Capítulo 2 19
Revisão Bibliográfica 19
2.1. Fibras 19
2.2. Fibras vegetais 20
2.3. Matrizes 24
2.4. Materiais compósitos 25
2.5. Compósitos híbridos 26
2.6. Fatores que influenciam a resistência dos materiais compósitos 28
2.6.1. Adesão interfacial entre matriz e reforço 28
2.6.2. Percentual de fibras no compósito 31
2.6.3. Sequência de disposição de camadas de reforço e alinhamento das fibras 32
2.6.4. Condições ao qual os materiais compostos estão expostos 33
Capítulo 3 34
Metodologia 34
3.1. Materiais 34
3.2. Métodos 35
3.2.1. Fabricação corpos de prova 35
3.2.1.1. Tratamentos químicos superficiais 36
3.2.1.2. Teste de resistência da fibra 37
3.2.1.3. Teste de *pull out* 39
3.2.1.4. *Fragmentation test* 41
3.2.1.5. *Short beam* teste de flexão a 3 pontos 43
3.2.2. Ensaios 44
3.2.2.1. Teste de tração fibra única 45
3.2.2.2. Teste de *Pull out* 45
3.2.2.3. Requisitos para Execução do Teste 46
3.2.2.4. *Fragmentation test* 48
3.2.2.5. *Short beam* teste de flexão em três pontos 48

3.2.3. Execução dos testes 49
3.2.4. Microscopia ótica e eletrônica de varredura 50
Capítulo 4 51
Análise dos resultados 51
4.1. Caracterização da morfologia das fibras naturais 51
4.2. Determinação do diâmetro das fibras 56
4.3. Resistência a tração fibra única 60
4.4. Teste de *Pull out* 62
4.5. Fragmentation test 66
4.6. Short beam teste de flexão a 3 pontos 68
4.7. Considerações Gerais 72
Capítulo 5 73
Conclusões 73
5.1. Sugestões para trabalhos futuros 74
Referências 75

Capítulo 1

Introdução

A utilização de fibras naturais está presente na humanidade desde os tempos primórdios, seja nas construções civis quanto na fabricação de vestimentas e de ornamentos. Nas últimas duas décadas, cresceu o interesse dos grandes centros de pesquisa mundiais e de diversos setores industriais na utilização das fibras naturais como fibras de reforço ou preenchimento de materiais compósitos, devido ao seu baixo custo, densidade e emissão de gases tóxicos quando comparados com as fibras sintéticas. Além de possuírem um reduzido gasto energético para sua produção e serem materiais recicláveis (DIXIT, 2016).

Porém, a aplicação de fibras naturais como reforço de materiais compósitos apresenta limitações como: propriedades mecânicas variáveis, devido a mudanças climáticas e do solo; reduzida adesão em matrizes poliméricas, uma vez que as fibras naturais apresentam características hidrofílicas quando comparadas a natureza hidrofóbica dos polímeros; e baixas propriedades mecânicas em relação as fibras sintéticas (PICKERING, 2016).

Sendo assim, inúmeras pesquisas foram realizadas a fim de combater as limitações supracitadas e incentivar a utilização das fibras naturais nas indústrias automobilística, aeronáutica e de equipamentos esportivos como possíveis substitutas à fibra de vidro (PICKERING, 2016; GURUNATHAN, 2015; VALENZA, 2016). Tais pesquisas enfatizam duas alternativas principais: a aplicação de tratamentos químicos na superfície das fibras com o objetivo de melhorar as propriedades adesivas da interface fibra/matriz polimérica como a alcalinização, silanização e plasma; e a utilização de fibras mais resistentes ou vários tipos de fibra para a produção de compósitos híbridos com o propósito de melhorar as propriedades mecânicas do produto.

Este trabalho teve como objetivo estudar a influência dos tratamentos químicos superficiais nas propriedades mecânicas das fibras naturais estudadas e na adesão interfacial fibra/matriz dos compósitos híbridos produzidos.

1.1. Motivação

Durante a Rio +20 - Conferência das Nações Unidas sobre desenvolvimento sustentável foi assinada, por cerca de 193 países, a Agenda 2030 que prevê um compromisso dos países assinantes pelo desenvolvimento sustentável. Dentre os objetivos propostos destacam-se: consumo e produção responsáveis; redução do consumo energético nas atividades industriais; estímulo a utilização dos recursos renováveis e a implementação de soluções inteligentes e ecológicas que substituam os métodos convencionais de fabricação e processos ("AGENDA 2030", 2012).

Dessa maneira, criou-se um cenário propicio para a inserção dos compósitos híbridos reforçados com fibras naturais em aplicações estruturais, como complementação ou até mesmo substituição a fibra de vidro, ou em revestimentos de automóveis como já vem sendo utilizado em larga escala pela empresa Volkswagen, com boa aceitação do mercado automobilístico, tendo como referência os seus modelos Gol e Fox, que possuem 1/3 dos seus componentes compostos por fibras de curauá (fibra 100% brasileira, produzida no norte do país, especificamente na região amazônica do estado do Pará) ("BIOFIBER REINFORCEMENTS IN COMPOSITE MATERIALS", 2015), conforme Fig. 1.

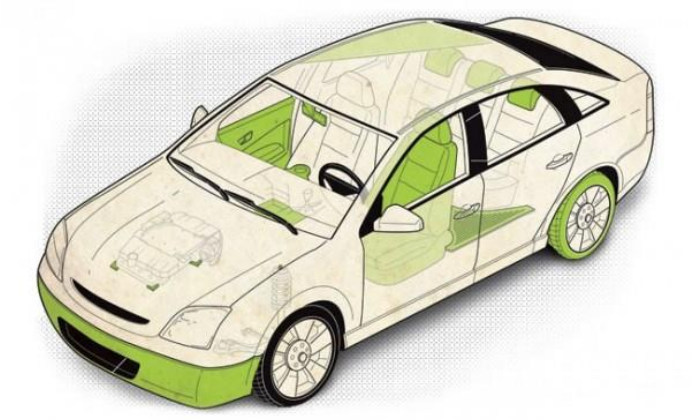


Figura 1: Utilização de fibras naturais em automóveis

Fonte: ("FIBRAS NATURAIS NA INDÚSTRIA AUTOMOBILÍSTICA", 2011).

Tomando-se por base que o Brasil é um dos maiores produtores mundiais de fibras como juta, rami e curauá e a maioria das pesquisas sobre compósitos híbridos reforçados com fibras naturais focarem na utilização de compósitos híbridos

interlaminares (camadas de tipos diferentes de fibras no compósito) em matrizes poliméricas. Portanto, torna-se interessante estudar o comportamento de compósitos híbridos intralaminares (fibras diferentes na mesma camada do compósito) em matrizes poliméricas termo fixas, como as resinas epóxi.

1.2. Objetivos geral e específicos

Este trabalho teve como objetivo produzir compósitos híbridos intralaminares reforçados com fibras naturais em matrizes epóxi, e estudar o efeito da utilização de tratamentos químicos superficiais na adesão interfacial fibra/matriz dos compósitos produzidos. Além, de verificar suas consequências nas propriedades mecânicas dos compósitos híbridos.

Dentre os objetivos específicos destacam-se:

- Caracterização das fibras naturais em termos de resistência mecânica nas condições com e sem tratamentos químicos superficiais;
- Avaliação dos efeitos dos tratamentos químicos superficiais na adesão interfacial fibra/matriz;
- Verificação da tensão máxima de cisalhamento interfacial real e aparente dos compósitos híbridos com e sem tratamento superficial;
- Análise da superfície de fratura através de microscopia ótica e eletrônica de varredura.

1.3. Metodologia

Para o desenvolvimento deste trabalho foi realizado um estudo detalhado sobre os mais variados tipos de compósitos reforçados com fibras naturais e os tipos de tratamentos químicos utilizados para melhorar as suas propriedades mecânicas. Logo após, foram analisados os tipos de compósitos híbridos existentes e as matrizes utilizadas.

Diferentemente dos compósitos híbridos interlaminares majoritariamente de distribuição randômica das fibras, comumente utilizados no estudo de compósitos híbridos reforçados com fibras naturais, optou-se pela produção de compósitos híbridos intralaminares.

Foram selecionados quatro tipos de fibras naturais produzidas no Brasil: juta, rami, sisal e curauá. A resina escolhida trata-se de um epóxi termo fixo. Após a seleção dos tipos de fibra e de resina a serem utilizadas, decidiu-se produzir compósitos híbridos em três condições diferentes: sem tratamento, alcalinizadas e alcalinizadas + silanizadas (tratamento misto).

A adesão entre a interface da fibra e da matriz é um fator de extrema relevância para garantir um material compósito com o menor número de vazios possível e que os esforços empregados no material sejam igualmente distribuídos entre todos os seus componentes de forma a aumentar sua resistência mecânica. Logo, para a avaliação da máxima tensão ao cisalhamento interfacial do conjunto fibra/matriz foram realizados os seguintes testes: *Pull out* e *fragmentation test*. Seguido pela análise dos dados obtidos e microscopia ótica (M.O.) e eletrônica de varredura (M.E.V.).

Por conseguinte, produziu-se os compósitos híbridos intralaminares com a proporção de 60% de juta em tecido bidirecional e 40% das demais fibras (curauá, sisal, rami e fibra de vidro – como meio de comparação), costuradas de forma unidirecional no tecido de juta. Vale salientar que foi escolhido o tecido de juta como elemento base para o tecido de reforço pois o mesmo é facilmente encontrado no mercado.

Após a produção dos compósitos híbridos intralaminares foi realizado o teste de *short beam* de flexão a três pontos, a fim de analisar o comportamento a delaminação e a máxima tensão aparente ao cisalhamento interfacial dos compósitos nas condições sem tratamento, alcalinizados e sob tratamento misto.

1.4.Organização do trabalho

O presente trabalho está dividido em 5 capítulos, incluso o capítulo introdutório. O capítulo 2 destina-se a revisão bibliográfica sobre os compósitos reforçados com fibras naturais e os avanços tecnológicos dos últimos anos referente a utilização e

produção destes materiais. No capítulo 3 está descrita a metodologia utilizada na produção dos compósitos híbridos, quais materiais foram selecionados e os tipos de tratamento químico superficial adotados. Além da descrição detalhada dos tipos de testes realizados e suas normatizações.

Já no capítulo 4 apresenta-se a discussão dos resultados, no qual serão apresentados todos os dados adquiridos ao longo desta pesquisa e uma explicação detalhada dos mesmos. Enquanto que o capítulo 5 destina-se as conclusões finais do trabalho e sugestões para trabalhos futuros.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica

Este capítulo faz uma referência a todos os conceitos necessários para um melhor entendimento do contexto deste projeto e as premissas que foram utilizadas. Primeiramente serão descritos os tipos de fibra de reforço e de matrizes que constituem os materiais compósitos e, por fim, a classificação e características destes materiais.

2.1. Fibras

As fibras de reforço podem ser classificadas em dois principais grupos: fibras naturais e fibras sintéticas fabricadas pelo homem como pode ser observado no diagrama da Fig.2.

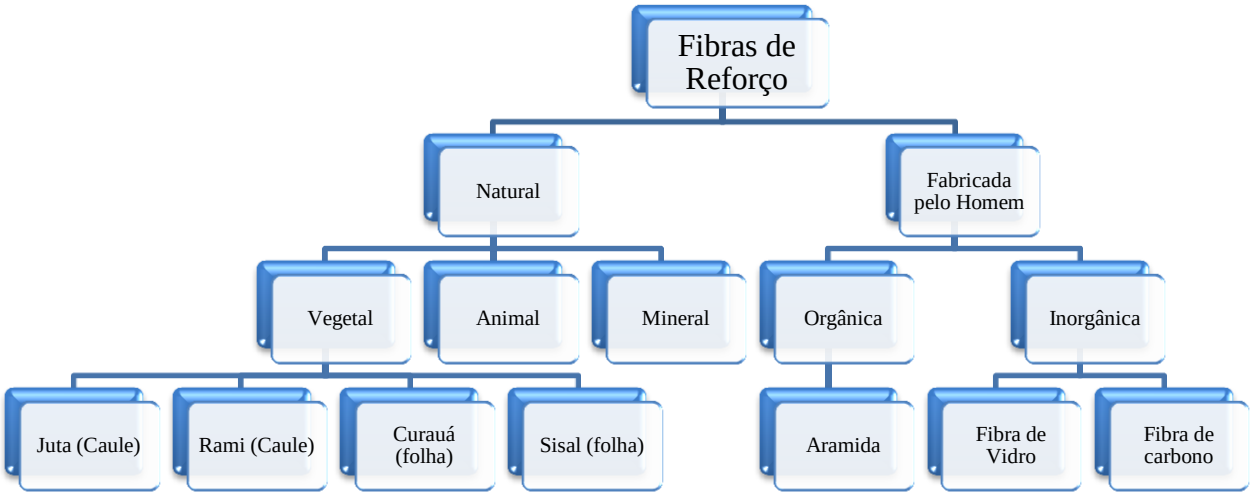


Figura 2: Classificação das fibras de reforço.

Dentre as fibras sintéticas destacam-se as fibras de carbono, vidro e aramida, amplamente utilizadas nas indústrias bélica, automotiva e aeronáutica. Já as fibras naturais dividem-se entre as categorias de origem vegetal, animal e mineral.

Nos últimos anos difundiu-se o interesse de substituir a utilização das fibras sintéticas, em algumas aplicações, pelas fibras naturais principalmente as de origem vegetal. Devido ao seu baixo custo, densidade e por possuírem reduzido impacto ambiental quando comparadas com as fibras sintéticas (DIXIT *et al.*, 2016).

2.2. Fibras vegetais

As fibras de vegetais podem ser divididas de acordo com a sua origem, ou seja, provenientes do caule, folha, fruto, semente ou raiz, como: juta, curauá, coco, algodão e zacatão, respectivamente (COSTA *et al.*, 2012). As fibras vegetais, lignocelulósicas, são constituídas principalmente por três substâncias químicas: celulose (α – celulose), hemicelulose e lignina. As fibras lignocelulósicas também apresentam em menor quantidade substâncias como pectina e gorduras (GURUNATHAN *et al.*, 2015). Já sua morfologia é composta por fibrilas (pequenas fibras que compõem a estrutura interior das paredes celulares), paredes celulares e lúmens (estruturas tubulares por onde era feito o transporte dos nutrientes da planta), conforme diagrama da Fig. 3.

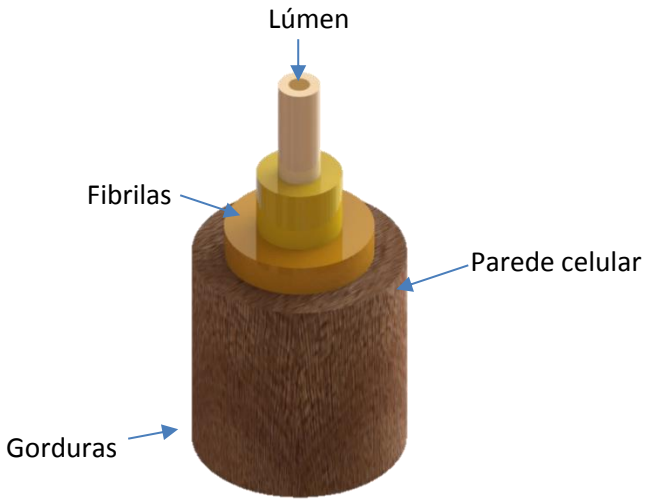


Figura 3: Morfologia fibras vegetais.

É importante ressaltar que a quantidade de celulose, lignina e demais substâncias nas fibras vegetais, assim como sua morfologia dependem das condições climáticas e de plantio a qual foram submetidas. E o seu conhecimento é de extrema importância pois estas substâncias estão diretamente ligadas as propriedades mecânicas das fibras e seu comportamento quanto a absorção de umidade (FIDELIS *et al.*, 2013; GURUNATHAN *et al.*, 2015), conforme pode ser visto na Fig. 4.

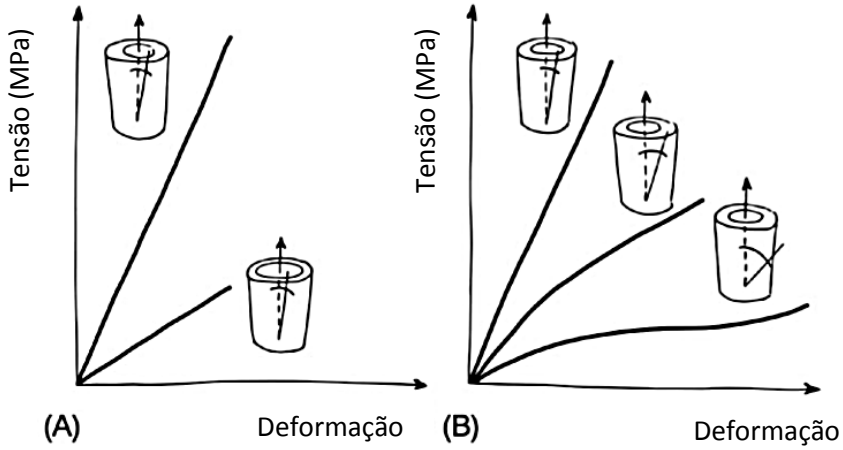


Figura 4: Variação na resistência da fibra de acordo com a sua morfologia.

Fonte:("INDUSTRIAL APPLICATIONS OF NATURAL FIBRES", 2010)

Conforme é possível verificar na Fig. 4 (A), quanto menor for o diâmetro do lúmen mais resistente é a fibra vegetal quando se tem o mesmo ângulo de direcionamento das fibrilas (microfibras que compõem a parede celular). Já na Fig. 4 (B), considera-se o mesmo diâmetro do lúmen, porém com diferentes inclinações do ângulo de direcionamento das fibrilas. De tal forma que quanto maior for a abertura do ângulo, menor será a resistência da fibra.

Na tabela 1 estão listadas as principais fibras lignocelulósicas encontradas na bibliografia, assim como da fibra de vidro (fibra sintética) e suas propriedades físicas e mecânicas para que fosse estabelecido um padrão de comparação.

Tabela 1: Características físicas e mecânicas das fibras vegetais.

Fibra	Densidade (g/cm^3)	Comprimento (mm)	Diâmetro (µm)	Deformação (%)	Tensão (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Preço ($/kg)
Algodão	1,21	15-56	12-35	2-10	287-597	6-10	1,5-2,2
Juta	1,23	0,8-6	5-25	1,5-3,1	187-773	20-55	0,92
Linho	1,38	10-65	5-38	1,2-3	343-1035	50-70	3,11
Sisal	1,20	0,8-8	7-47	1,9-3	507-855	9-22	0,65
Rami	1,44	40-250	18-80	2-4	400-938	61,4-128	2
Cânhamo	1,35	5-55	10-51	1,6-4,5	580-1110	30-60	1,55
Coco	1,2	0,3-3	7-30	15-25	175	6	0,2
Kenaf	1,2	1,4-11	12-36	2,7-6,9	295-930	22-60	0,37
Banana	1,35	0,4-0,9	12-30	5-6	529-914	27-32	N.A.
Curauá	0,92	N.A.	97	4,5-6	1250-3000	30-80	0,44
Abacaxi	1,5	1-8	8-41	1-3	170-1627	60-82	0,35
Abacá	1,5	4,6-5,2	10-30	2,9	430-813	31,1-33,6	0,5
Bambu	0,6-1,1	1,5-4	88-25	1,3-8	140-441	11-36	N.A.
Urtiga	1,51	5,5	20-80	1,7	650	38	0,45
E-glass	2,5	N.A.	15-25	2,5	2000-3500	70-73	2
S-glass	2,5	N.A.	N.A.	2,8	3000-3500	63-67	2

Fonte: Modificado de (GURUNATHAN *et al.*, 2015; SATYANARAYANA *et al.*, 2007).

Dentre as fibras vegetais supracitadas, o Brasil é um dos maiores produtores mundiais de quatro tipos de fibra ideais para a utilização como fibras de reforço em compósitos de matriz polimérica (COSTA *et al.*, 2012). Tratam-se das fibras de curauá (família do Ananás produzida exclusivamente na Amazônia paraense), rami, sisal e juta.

A morfologia e suas principais características físicas e químicas podem ser observadas na Fig. 5 e tabela 2, respectivamente.

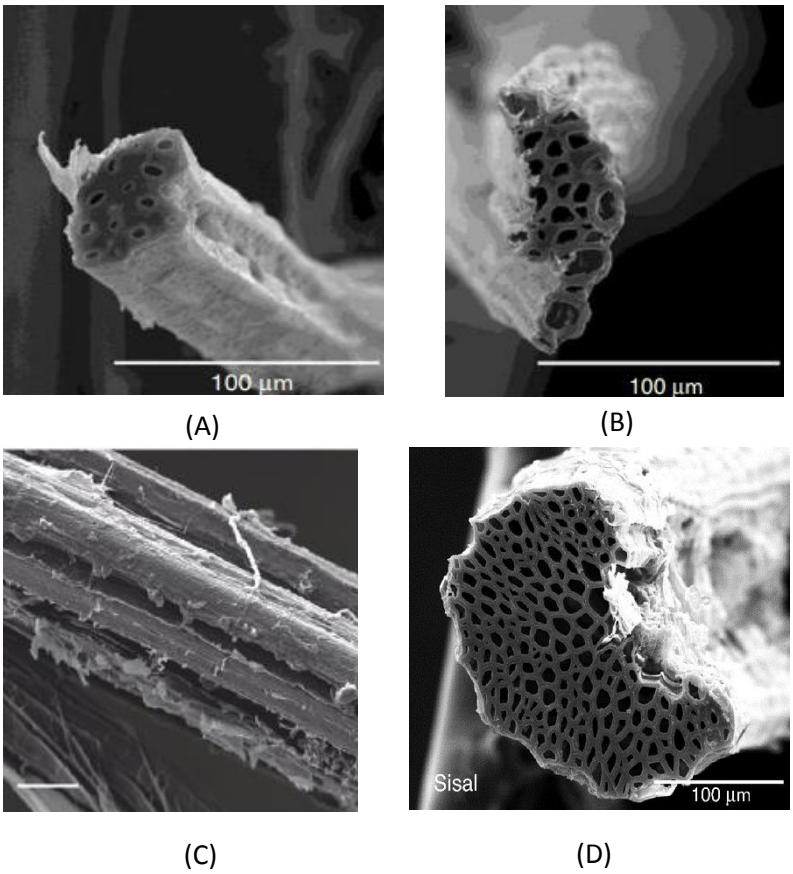


Figura 5: Imagens M.E.V. (A) Curauá; (B) Juta; (C) Rami e (D) Sisal.

Fonte: (FIDELIS *et al.*, 2013; LI *et al.*, 2016).

Tabela 2: Propriedades físico-químicas das fibras selecionadas

Propriedades	**Juta**	**Rami**	**Sisal**	**Curauá**
Área lúmen (µm²)	1014	-	5796	162
Espessura Parede celular (µm)	2,5	2,8	2,6	3,5
Diâmetro do lúmen (µm)	6,7	12,8	8,2	4
Celulose (% em peso)	50-71,9	68,6-91	67-78	70,7-73,6
Hemicelulose ((% em peso)	13,6-20,4	5-16,6	10-14	9,9
Lignina ((% em peso)	11,8-13	0,6-0,7	8-11	7,5-11,1
Ângulo das microfibrilas	8°	7,5°	10-22°	N.A.

Fonte:(KALITA *et al.*, 2013; SRINIVAS *et al.*, 2017).

2.3.Matrizes

A fase dispersante presente nos materiais compósitos é denominada matriz, a qual pode ser constituída de materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos. As matrizes são de grande importância na produção de materiais compósitos pois conferem uma maior resistência a abrasão mecânica e química das fibras de reforço, além de serem responsáveis pela transferência dos esforços às fibras (HOLBELRY, J., *et al*, 2006).

Neste trabalho serão estudadas as matrizes poliméricas devido a sua comum utilização nos compósitos a base de fibras vegetais, além do fato de apresentarem fácil processamento e baixa densidade.

As matrizes poliméricas dividem-se em dois grandes grupos que são os termoplásticos e os termoendurecíveis, conforme os tópicos abaixo:

Resinas Termoplásticas:

- Polipropileno (PP);
- Poliamida (PA);
- Policarbonato (PC);
- Ácido polilático (PLA);
- Poliamidas termoplásticas;
- Polisufureto de fenileno (PPS);

Matrizes Termo fixas, ou seja, polímeros que após atingirem a sua temperatura de transição vítrea (*Tg*) as resinas perdem as suas propriedades originais e ganha textura de borracha:

- Poliésteres insaturados;
- Resina de vinil éster;
- Fenólicas;
- Epóxi;
- Bismaleimidas;
- Poliamidas termoendurecíveis.

Dentre as resinas apresentadas acima destacam-se as resinas epóxi devido a sua boa resistência mecânica e a fratura, além de possuírem elevada resistência a umidade e a ataques químicos. Dependendo da sua formulação este tipo de resina pode ter seu

processo de cura a temperatura ambiente sem a presença de pressão, por um agente químico endurecedor (MITTAL *et al.*, 2016).

2.4. Materiais compósitos

Materiais compósitos são constituídos de dois ou mais materiais quimicamente e fisicamente diferentes, que compõem um macro mistura. Geralmente, tem-se uma fase, inicialmente, na forma líquida - matriz, cuja função é aglomerar/unir todos os demais componentes (fibras ou particulados) de tal maneira que se forme um único material coeso, com propriedades mecânicas melhores do que as propriedades presentes nos materiais que lhe deram origem (COSTA *et al.*, 2012).

Existem vários tipos de classificação para os materiais compósitos de acordo com a literatura, seja em relação ao tipo de matriz, tipo de reforço e afins. Considerando materiais compósitos de matriz epóxi, foco do trabalho, uma possível classificação para os materiais compósitos pode ser vista na Fig.6.

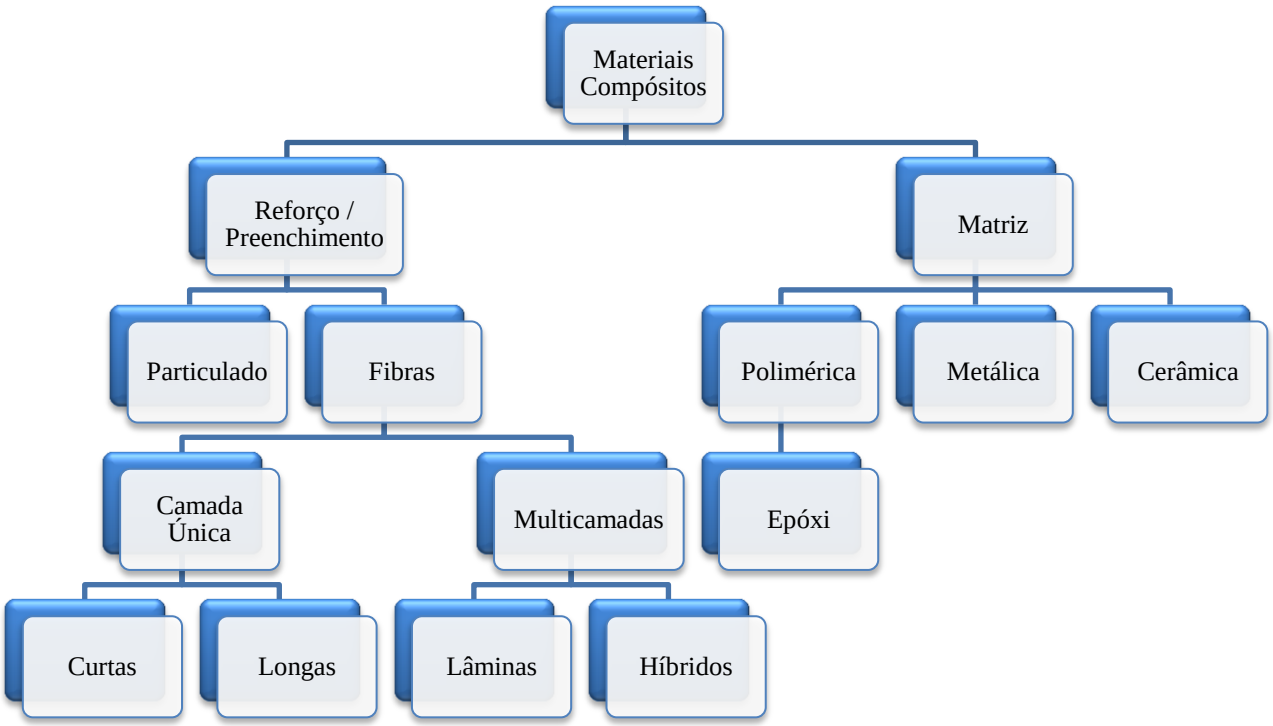


Figura 6: Classificação materiais compósitos.

Os materiais compósitos podem ser divididos de acordo com seu tipo de preenchimento: particulado ou por fibras. E conforme ao tipo de matriz utilizada: polimérica, metálica ou cerâmica. Dentre os compósitos reforçados por fibras, destacam-se os compósitos híbridos que serão objeto de estudo deste trabalho e, portanto, serão melhor caracterizados na próxima seção.

2.5. Compósitos híbridos

Os compósitos híbridos consistem na presença de dois ou mais tipos de fibras em uma matriz, como, por exemplo, a polimérica. Dentre as possíveis combinações de fibras para a fabricação dos compósitos híbridos encontram-se: sintética-sintética, sintética-natural e natural-natural. Esses tipos de compósitos ganharam destaque na engenharia devido a sua capacidade de misturar propriedades como durabilidade, ductilidade e resistência dos seus componentes, conferindo-os características melhores como elevada resistência à fratura e ao impacto, além de menor sensibilidade a esforços cisalhantes (NUNNA *et al.*, 2012; SHAHZAD *et al.*, 2011).

Os compósitos híbridos podem ser classificados conforme a Fig. 7.

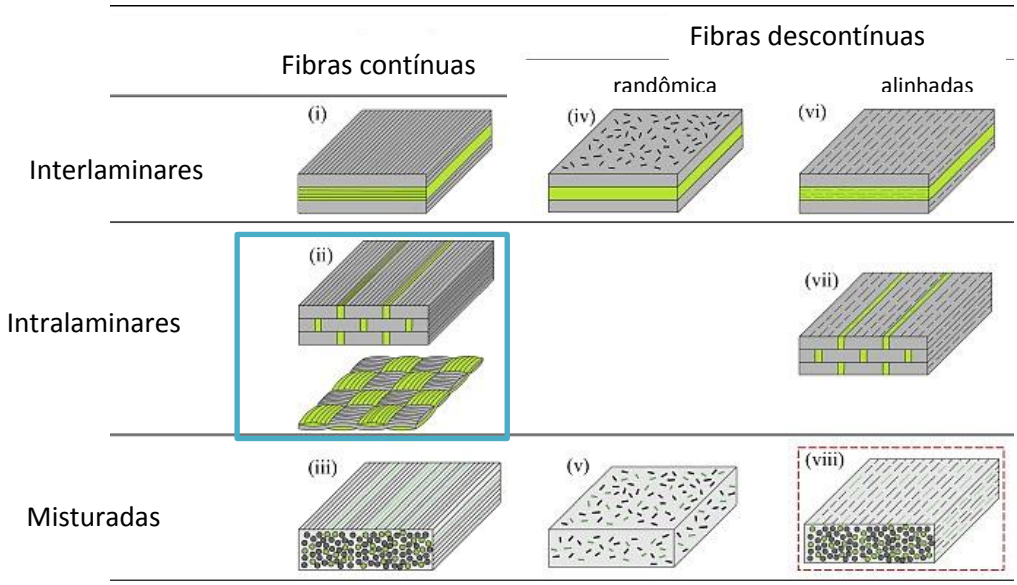


Figura 7: Classificação compósitos híbridos.

Fonte:(YU *et al.*, 2015).

Como pode ser observado na figura 7, os compósitos híbridos podem ser divididos em três grupos principais: interlaminares (com camadas de diferentes tipos de fibra) de distribuição randômica e alinhada, intralaminares (diferentes tipos de fibra costuradas entre si formando uma única camada) e as misturadas.

Na tabela 3, estão apresentadas as principais propriedades mecânicas dos compósitos híbridos reforçados com fibras naturais encontrados na literatura.

Tabela 3: Propriedades mecânicas compósitos híbridos.

Fibras	**Matriz**	**Tipo de Híbridos**	**Camadas**	**Tratamento superficial**	**Resistência a Tração (MPa)**	**Resist. a flexão (MPa)**	**Resist. ao impacto (KN)**	**Referência**
Juta + Fibra de vidro	Poliéster	interlaminar	4	lavadas	-	260 ± 28	-	ORNAGHI *et al.*, 2011
Linho + Basalto	Vinil ester	interlaminar	8	sem	86,5	139,5	4,9	FRAGASSA *et al.*, 2016
Sisal + Bambu	Poliéster	interlaminar	Fibras curtas	sem	23,4	56,7	-	VENKATESH *et al*, 2016
Sisal + Bambu	Poliéster	interlaminar	Fibras curtas	alcalino	38,4	78,2	-	VENKATESH *et al*, 2016
Kenaf + Coco	PLA	interlaminar	4	sem	100	160	-	BOUGUESSIR *et al*, 2016
Bambu + Coco	PLA	interlaminar	4	sem	150	130	-	YUSOFF *et al*, 2016
Kenaf + Bambu + Coco	PLA	interlaminar	6	sem	155	130	-	YUSOFF *et al*, 2016
Sisal + Fibra de vidro	Epóxi	interlaminar	-	-	69	-	-	RAMESH *et al*, 2016
Juta + Fibra de vidro	Epóxi	interlaminar	-	-	63	-	-	RAMESH *et al*, 2016
Juta + Sisal	Epóxi	interlaminar	-	-	40	88,3	-	SUDHIR *et al*, 2014
Linho + Fibra de vidro	Fenólica	interlaminar	-	-	393	-	-	ZHANG *et al*, 2013
Banana + Juta	Epóxi	interlaminar	-	sem	60	105	-	DEVIREDDY *et al*, 2015
Palma + Kevlar	Epóxi	interlaminar	-	limpeza ultrassônica	175	600	-	MOSAWI *et al*, 2012

A maioria das pesquisas relacionadas à caracterização mecânica de compósitos híbridos reforçados com fibras naturais demonstrou uma melhora da resistência mecânica desses compósitos quando comparados àqueles produzidos por cada fibra

separadamente. Outro aspecto importante foi a influência dos tratamentos químicos superficiais nas propriedades mecânicas dos compósitos. No entanto, percebeu-se que as pesquisas estão concentradas nos estudos de compósitos interlaminares, tornando-se interessante a caracterização de compósitos intralaminares reforçados com fibras naturais.

2.6. Fatores que influenciam a resistência dos materiais compósitos

Diversos fatores podem influenciar nas propriedades mecânicas dos materiais compósitos devido a sua característica anisotrópica, tais como: propriedades físicas dos materiais que o compõem, ou mesmo, as condições climáticas nas quais o laminado vai estar exposto durante sua vida útil.

Entre os fatores que mais influenciam o comportamento mecânico dos materiais compósitos (NUNNA *et al*., 2012), destacam-se: adesão interfacial entre matriz e reforço, percentual de fibras no compósito, sequência de disposição de camadas de reforço no compósito e condições ao qual os materiais compostos estão expostos. Tais fatores serão detalhados nas seções subsequentes.

2.6.1. Adesão interfacial entre matriz e reforço

Uma boa adesão interfacial entre fibra e matriz é de extrema importância para garantir um ótimo desempenho nos materiais compósitos. No caso de compósitos de matrizes poliméricas reforçados com fibras naturais, tal interação interfacial é limitada devido à natureza hidrofílica das fibras em comparação com o comportamento hidrofóbico das matrizes.

Um dos fatores impactantes para melhora da adesão interfacial entre as fibras de reforço e a matriz está na molhabilidade das fibras. Problemas ligados a má molhabilidade das fibras nos compósitos podem resultar na presença de defeitos na interface matriz/fibra, reduzindo as propriedades mecânicas dos compósitos (YAN *et al.*, 2012; PICKERING *et al*., 2016).

E uma maneira de melhorar a molhabilidade da fibra e, por conseguinte, as

propriedades adesivas interfaciais é através da aplicação de tratamentos químicos superficiais nas fibras de forma a alterar sua estrutura e facilitar a adesão fibra/matriz e, por conseguinte as propriedades mecânicas do compósito.

Tal alternativa foi amplamente abordada nas pesquisas sobre o desenvolvimento de materiais compósitos reforçados com fibras naturais. Dentre os tratamentos mais utilizados na literatura encontra-se (ALBINANTE *et al.*, 2013):

- Lavagem;
- Alcalinização ou mercerização – imersão das fibras em soluções de NaOH com concentrações entre 2 a 6%;
- Acetilação e propionilação – mudança da superfície das fibras através da aplicação de anidridos acético e propiônico;
- Silanização – aplicação de compostos de silício que transformam a superfície das fibras em hidrofóbicas aumentando a compatibilidade com as resinas;
- Aplicação de plasma – altera a superfície das fibras conferindo maior rugosidade que melhorará a ancoragem da resina na fibra devido a elevada área de contato;
- Grafitização do polímero – melhora a molhabilidade da fibra, promovendo uma melhor adesão interfacial;
- Adição de silicato de alumínio.

Dentre os tratamentos químicos supracitados os que mais receberam destaque nas publicações científicas foram o tratamento alcalino, de silanização e plasma, devido a sua praticidade e eficácia (ALBINANTE *et al.*, 2013; NUNNA *et al.*, 2012).

Na Fig. 8 está representado o efeito dos tratamentos químicos superficiais de alcalinização – solução de NaOH (d), silanização - ɣ - APS e ɣ - GPS (b-c) e a utilização dos dois métodos (e-f), simultaneamente, na fibra de sisal.

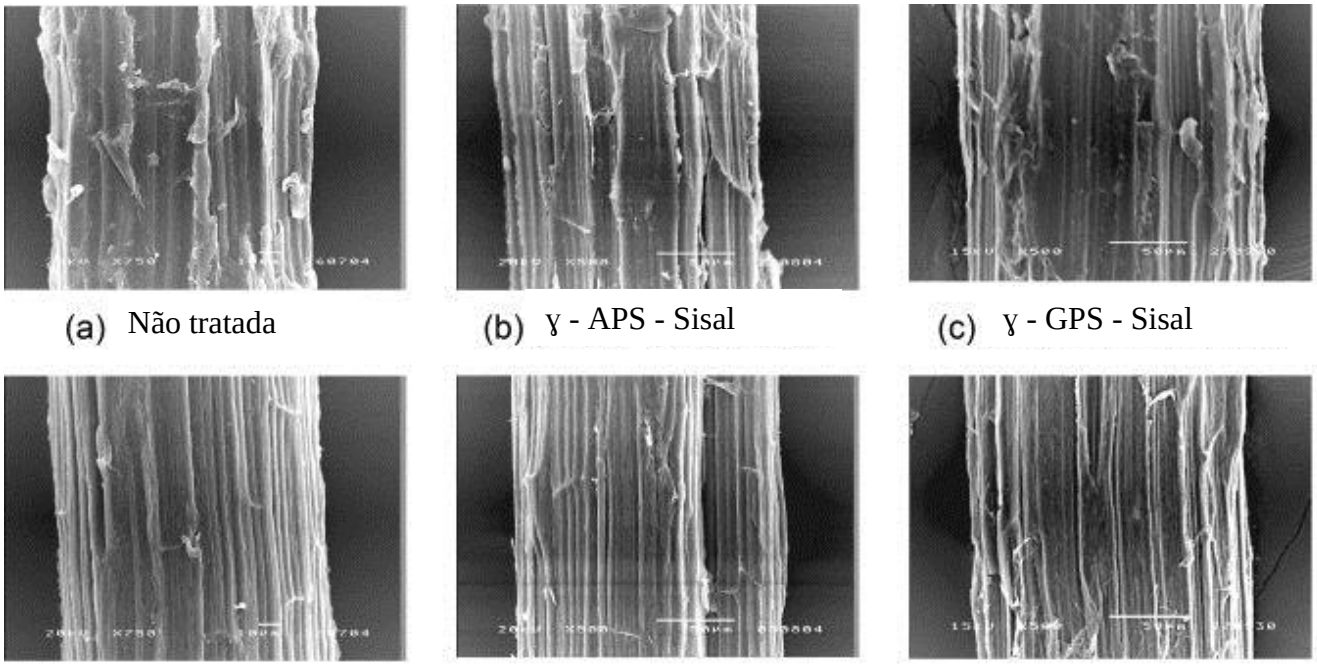


Figura 8: Efeito do tratamento superficial em fibras de sisal.

Fonte: (TRAGOONWICHIAN *et al*., 2006).

A partir da figura 8, é possível observar que o tratamento de alcalinização (imersão da fibra de sisal em solução de NaOH – Fig. 8 (d)) possibilitou a remoção de impurezas e componentes orgânicos como a hemicelulose e a lignina, deixando a superfície da fibra mais uniforme, em relação a superfície da fibra não tratada (Fig. 8 (a)).

A utilização do tratamento de silanização, através da imersão das fibras em solução hidrolisada com os agentes de acoplamento ɣ - APS e ɣ - GPS, não apresentou grandes alterações na morfologia da fibra quando comparada com a superfície da fibra sem tratamento.

A combinação de ambos tratamentos de alcalinização e silanização (figuras 8 (e) e (f)) também não apresentaram diferenças significativas em relação a morfologia da fibra de sisal após o tratamento alcalino, Fig. 8 (d).

Os autores também utilizaram Transformada de Fourier infravermelha / espectroscopia atenuada de reflexão, a fim de verificar quais tipos de substâncias e elementos químicos estavam presentes nas fibras após os tratamentos. Foi constatado que, após o tratamento misto, uma fina película de silano foi formada entorno da fibra.

Já a figura 9 exemplifica a relação entre os tratamentos químicos superficiais e as propriedades mecânicas de tração e flexão em um compósito natural reforçado com fibras de sisal. Na figura 9, (b) refere-se a solução de silano ɣ - APS e (c) a solução de ɣ - GPS.

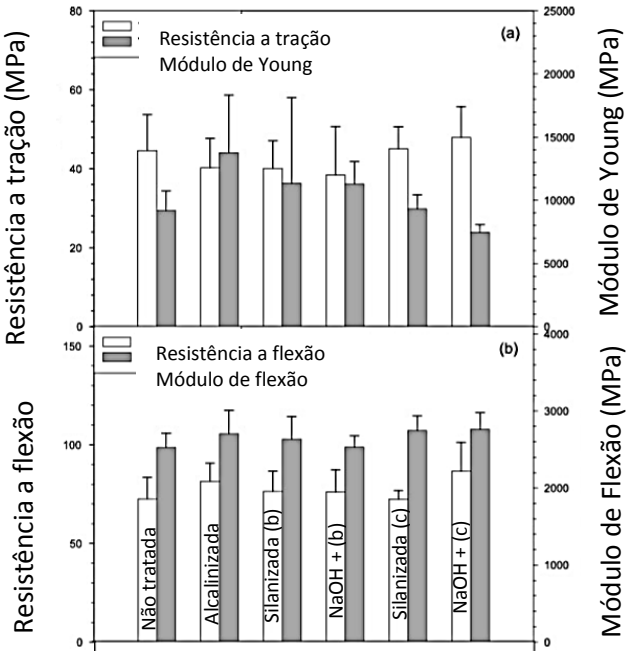


Figura 9: Efeito do tratamento superficial nas propriedades mecânicas da fibra de sisal.

Fonte: Modificado (TRAGOONWICHIAN *et al*., 2006)

Conforme pode ser observado nas figuras 8 e 9 tratamentos químicos superficiais como a alcalinização e a silanização apresentaram influência na alteração da morfologia das fibras de sisal e, por conseguinte, nas suas propriedades mecânicas. De um modo geral, para este tipo de fibra destacaram-se o tratamento alcalino e o tratamento misto NaOH + (c) - ɣ - GPS pois apresentaram os melhores resultados nos testes de flexão e tração.

2.6.2. Percentual de fibras no compósito

O percentual de fibras no compósito é a medida da proporção de volume ou peso

de fibras em um material compósito. Tanto materiais compósitos com uma só fibra, quanto compósitos híbridos terão suas propriedades mecânicas variáveis de acordo com a quantidade de cada elemento da sua composição. De um modo geral, quanto maior o percentual volumétrico dos elementos de reforço melhores serão as propriedades mecânicas do compósito.

Nascimento *et al.* 2012, analisaram os efeitos do aumento do percentual das fibras de reforço em um compósito de piaçava em matriz epóxi. Foi constatado que o aumento do percentual de piaçava proporcionou uma melhora de cerca de 40 e 30% na resistência a tração e flexão do laminado, respectivamente, conforme Tab. 4.

Tabela 4: Propriedades mecânicas compósito piaçava/epóxi.

	Percentual volumétrico de reforço				
Propriedades	0%	10%	20%	30%	40%
Máxima tensão de ruptura a tração (MPa)	63,12 ± 8,32	58,97 ± 11,07	71,45 ± 15,68	79,29 ± 15,14	89,33 ±18,51
Máxima tensão de ruptura a flexão (MPa)	60,3 ± 14,93	39,35 ± 18,35	60,15 ± 29,45	71,63 ± 13,69	78,41 ± 9,01

Fonte:(NASCIMENTO *et al.*, 2012).

Mishra *et al.* 2003, estudaram a influência do aumento do percentual volumétrico de juta em um laminado de matriz epóxi e constataram que a adição de juta na matriz reduz o percentual de vazios no compósito e melhora sua resistência a flexão. Também se observou um aumento da resistência ao cisalhamento interlaminar do compósito, ou seja, sua resistência a delaminação a um percentual equivalente a 48%.

2.6.3. Sequência de disposição de camadas de reforço e alinhamento das fibras

A sequência de disposição de camadas de reforço apresenta grande influência

nas propriedades mecânicas, em particular, dos compósitos híbridos interlaminares de distribuição contínua. Principalmente, em relação a resistência ao impacto e flexão.

Em geral, melhores propriedades mecânicas são obtidas em compósitos que possuem suas fibras de reforço alinhadas a direção de aplicação das forças (PICKERING *et al*., 2016). Porém, as fibras naturais raramente possuem fibras longas devido a sua morfologia (fibras constituídas por fibrilas), o que dificulta o seu alinhamento durante o processo de fabricação do laminado.

Baghaei *et al.* 2014, analisaram a influência da orientação das fibras de reforço nas propriedades mecânicas de um compósito de cânhamo e PLA com fibras alinhadas e orientadas a 45° e 90° em relação a direção de aplicação da força de tração. Foi observado uma redução da tensão máxima de ruptura a tração do laminado de cerca de 48 e 53%, respectivamente.

2.6.4. Condições ao qual os materiais compostos estão expostos

Um fator muito importante sobre a durabilidade dos materiais compósitos é em relação as condições climáticas as quais estarão expostos ao longo da sua vida útil, ou seja, teor de umidade, exposição a raios solares, temperatura de trabalho e afins. Compósitos reforçados com fibras naturais, por exemplo, são mais suscetíveis a ambientes úmidos devido a característica hidrofílica das suas fibras.

Capítulo 3

Metodologia

Este capítulo destina-se a descrição de todos os materiais e métodos (testes) utilizados para analisar a influência de tratamentos químicos superficiais na adesão fibra/matriz de compósitos híbridos intralaminares de juta + curauá, juta + rami, juta + sisal e juta + fibra de vidro.

3.1. Materiais

Conforme citado anteriormente foram selecionados quatro tipos de fibras naturais para estudo: juta, sisal, rami e curauá (fornecidas pelas empresas Sisalsul, localizada em São Paulo, Brasil); e uma fibra sintética, fibra de vidro (fornecida pela empresa Barracuda Advanced Composites do Rio de Janeiro, Brasil), para que fosse possível comparar e validar os resultados.

A fibra de juta escolhida trata-se de um tecido bidirecional, facilmente encontrado no mercado. Já as fibras de rami, sisal, vidro e curauá apresentam-se na configuração de fio.

Na tabela 5 apresentam-se os diâmetros dos fios (conjunto de fibras), presente em cada rolo, utilizados no preenchimento dos espaços vazios do tecido bidirecional de juta.

Tabela 5: Diâmetro dos fios.

Tipo de Fibra	Diâmetro do fio (mm)
Juta	0,6 ± 0,05
Rami	0,6 ± 0,05
Curauá	0,65 ± 0,05
Fibra de vidro	0,65 ± 0,05
Sisal	1,25 ± 0,05

Já o diâmetro individual de cada fibra foi medido através de microscopia ótica, presente no capítulo 4 – resultados.

A resina utilizada trata-se de um epóxi bi componente – AR260/AH260 (fornecida pela empresa Barracuda Advanced Composites do Rio de Janeiro, Brasil) a ser utilizada na proporção de 100/26 (100 de resina/26 de endurecedor) e tempo total de cura igual a 6 horas a 80°C, cujas principais características, fornecidas pelo fabricante, estão listadas na tabela 6.

Tabela 6: Propriedades resina AR260.

Resina AR 260/ AH 260		
Resistência a tração (MPa)	**Resistência a flexão (MPa)**	**Resistência a compressão (MPa)**
73	119	89

Fonte: (Barracuda, 2016).

Vale a pena ressaltar que as propriedades mecânicas da resina, fornecidas pelo fabricante, diferem dos valores encontrados pelo grupo de pesquisa. A resistência a tração da resina, após testes no laboratório de compósitos e adesivos do CEFET/RJ, é equivalente a 28 ± 9,0 MPa. Tal disparidade nos valores pode estar relacionada a diferenças nos métodos de fabricação e a utilização de temperatura e pressão controlados, conforme descrito em Lima *et al.* 2018.

3.2. Métodos

3.2.1. Fabricação corpos de prova

Nesta seção serão descritos os métodos utilizados para a fabricação dos corpos de prova a serem utilizados nos testes de resistência da fibra, *pull out*, *fragmentation* e *short beam* teste de flexão em três pontos. É importante destacar que em todos os testes as fibras serão analisadas nas seguintes condições: sem tratamento, alcalinizadas e

alcalinizadas + silanizadas (tratamento misto).

3.2.1.1. Tratamentos químicos superficiais

As fibras naturais foram submetidas aos seguintes tratamentos químicos superficiais:

- **Condição sem tratamento –** fibras apenas lavadas com água corrente da pia, para retirada das impurezas e gorduras presentes na estrutura da fibra, seguida pela secagem durante uma hora no forno, SOLAB SL 104/40, a 100°C;
- **Tratamento alcalino –** as fibras foram lavadas e logo após submetidas a imersão em uma solução alcalina durante 1 hora, com concentração equivalente a 2g de NaOH para cada 100ml de água. Logo após as fibras passaram pelo processo de secagem no forno a 100°C;
- **Tratamento misto –** Trata-se de um tratamento de alcalinização, conforme descrição acima, seguido por um processo de silanização. Sendo assim, após a imersão em solução alcalina, as fibras foram impregnadas (manualmente) em solução hidrolisada com silano 2% (Xiameter OFS 6040 – pH = 5.0). Por fim, as fibras foram secas no forno.

A sequência de ações utilizadas para o tratamento químico das fibras pode ser vista em maiores detalhes na Fig. 10:

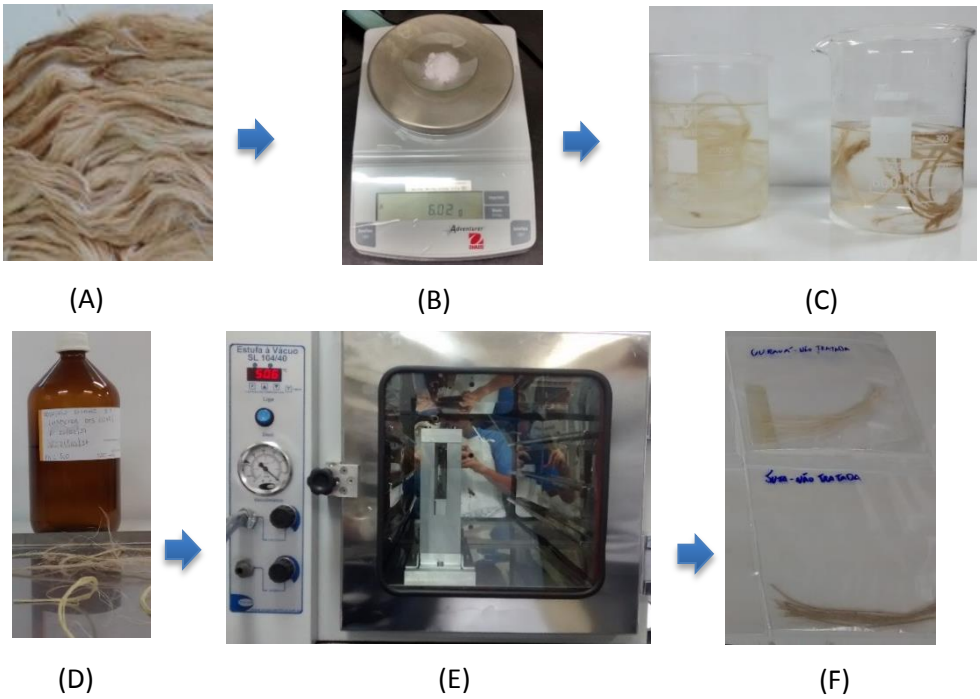


Figura 10: Sequência de tratamento químico empregada.

Na figura 10 está representada a sequência de tratamento misto empregada nas fibras, no qual: (A) representa a seleção das fibras; (B) pesagem da quantidade de NaOH a ser colocada na solução alcalina; (C) imersão das fibras naturais durante uma hora em solução alcalina; (D) logo após, ocorre a aplicação de silano sobre a superfície das fibras; (E) processo de secagem das fibras em estufa a 100°C; (F) armazenamento das fibras.

3.2.1.2. Teste de resistência da fibra

Após o tratamento químico superficial, tornou-se interessante caracterizar as fibras naturais quanto a sua resistência a tração nas condições sem tratamento, alcalinizadas e alcalinizadas + silanizadas. Para tal, os corpos de prova foram testados segundo a norma ASTM C1557, conforme Fig.11.

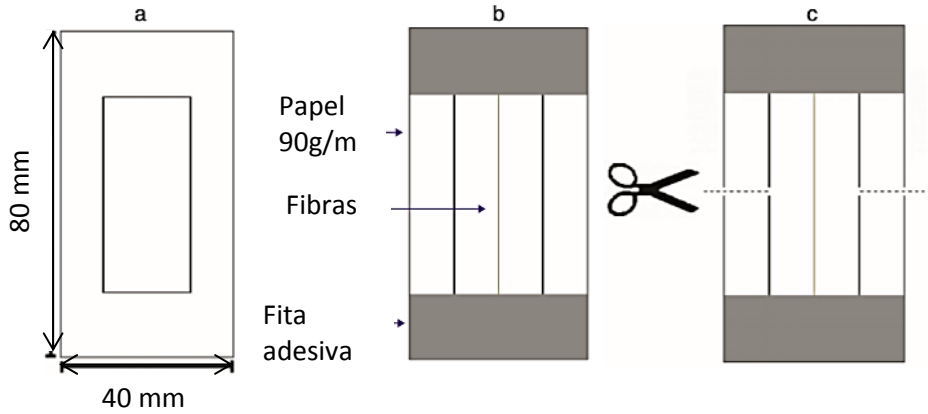


Figura 11: Sequência de fabricação de corpos de prova.

Fonte: (FIDELIS *et al.*, 2013).

Conforme pode ser observado na figura 11, foi cortado um gabarito de papel nas dimensões de 80 x 40 mm, no qual a fibra natural foi fixada através da aplicação de um adesivo de cianoacrilato de cura rápida e, em seguida, foi utilizada uma fita adesiva nas extremidades do gabarito de papel, a fim de facilitar a fixação do corpo de prova na máquina de teste.

Foram produzidos 15 corpos de prova de cada tipo de fibra nas três condições de tratamento superficial. Vale salientar que as dimensões reduzidas do corpo de prova são devido à dificuldade de se obter fibras, únicas, longas.

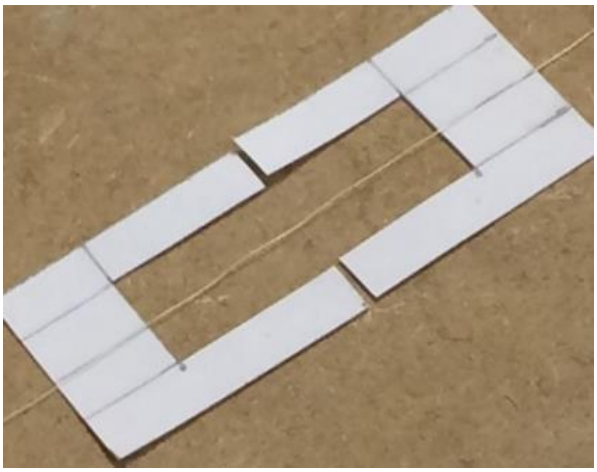


Figura 12: Corpo de prova teste de tração fibra única.

3.2.1.3. Teste de *pull out*

Para a execução dos testes de *pull out* foram fabricados corpos de prova através da utilização de um molde projetado em trabalhos anteriores pela autora, conforme Fig. 13.

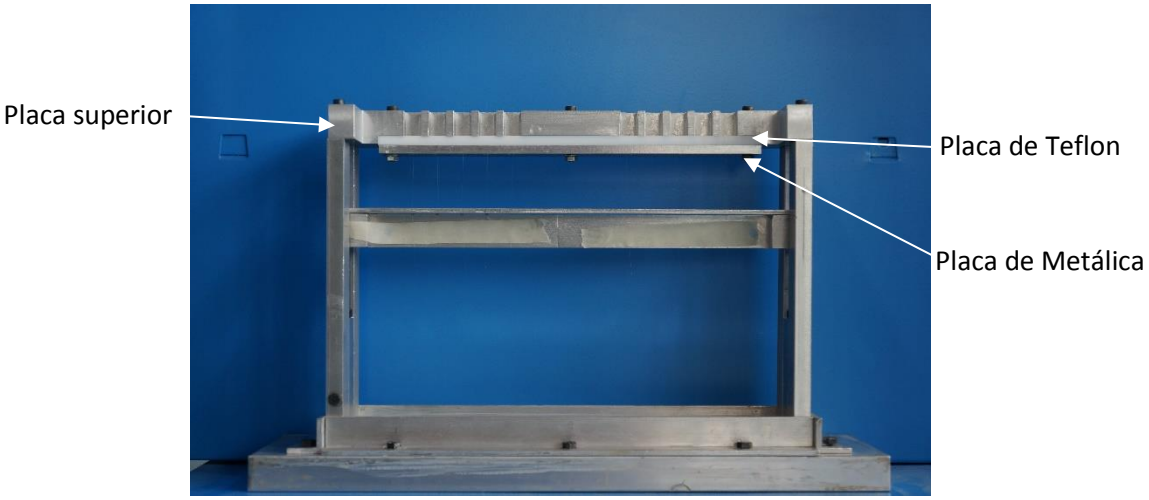


Figura 13: Molde para produção de amostras para teste de *pull out.*

Fonte: (LIMA *et al.*, 2016).

Os corpos de prova foram produzidos através das seguintes etapas:

1. **Preparação do conjunto de fibras:** Para cada corpo de prova foram utilizados o conjunto de fibras, equivalente ao diâmetro do fio presente em cada rolo, nas condições sem tratamento, alcalinizadas e com tratamento misto;
2. **Montagem dos fios no molde:** Para a montagem das fibras naturais no molde foi necessária a utilização de 3 elementos de suporte: placa de teflon, película de silicone e placa metálica, todos previamente furados. As fibras foram inseridas nos elementos de suporte de modo que a placa de teflon ficasse voltada para a placa superior (com as cavidades, nas quais serão despejadas a resina), a película de silicone permaneceu entre as placas de teflon e metálica a fim de evitar o vazamento de resina. Todas as placas foram fixadas através de parafusos M5.
3. **Comprimento de englobamento:** O comprimento de englobamento das

fibras nas cavidades do molde foi medido através da utilização de um paquímetro.

4. **Fixação dos filmes adesivos:** Após a fixação dos suportes e da determinação do comprimento de englobamento das fibras, foi necessário fechar as cavidades do molde (parte frontal da placa superior) de modo que apenas a parte superior da cavidade fique exposta.
5. **Aplicação da resina:** Nesta etapa aplicou-se a resina pelo acesso superior da cavidade. Utilizou-se a resina epóxi bi componente AR260/AH260 fornecida pela Barracuda Composites. Logo após a aplicação da resina o molde foi colocado em um forno durante 6 horas a 80°C até a completa cura da resina.
6. **Retirada dos corpos de prova e suporte de fixação para a máquina de teste:** Após a retirada dos corpos de prova do molde foi adicionado aos mesmos um suporte de laminado de fibra de vidro. Tal suporte foi colado na extremidade livre dos fios a fim de facilitar a fixação dos corpos de prova na máquina de testes, conforme Fig. 14.



Figura 14: corpos de prova para teste de *pull out.*

Foram analisados 5 tipos de fibras (juta, rami, sisal, curauá e fibra de vidro) nas condições sem tratamento, alcalinizadas e alcalizadas + silanizadas. Todas com cerca de 0,6mm de diâmetro, com exceção da fibra de sisal cujo diâmetro equivale a 1,25 mm, e comprimento de englobamento variando de 1 a 5,5mm (com incrementos de 0,5mm). O número de corpos de prova ensaiados pode ser observado na tabela 7.

Tabela 7: Tipos de amostra teste de *pull out*.

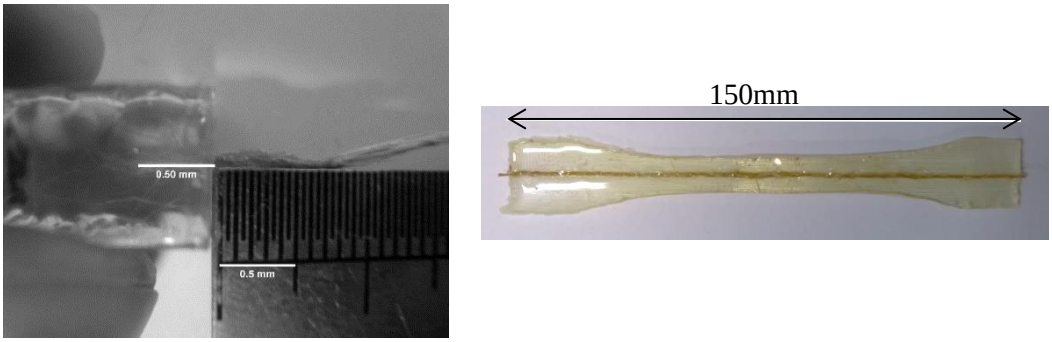
Número de Corpos de Prova			
Tipos de amostras	**Sem tratamento**	**Alcalinizadas**	**Silanizadas**
Fibra de Vidro	40	-	-
Curauá	40	30	20
Juta	40	30	20
Sisal	40	30	20
Rami	30	30	20

Vale a pena salientar que a alteração na quantidade de corpos de prova em função dos tipos de tratamentos superficiais se deve ao fato da tentativa de reduzir o desvio padrão dos resultados. De tal forma que, 20 corpos de prova para cada tipo de fibra após o tratamento misto apresentaram resultados satisfatórios.

3.2.1.4. *Fragmentation test*

O *fragmentation test* tem o princípio de funcionamento muito similar ao teste de *pull out*. Sua principal diferença está no comprimento de englobamento da fibra na matriz polimérica e na determinação do comprimento crítico de englobamento.

No *fragmentation test* toda a extensão da fibra/fio é imersa na resina, enquanto que no teste de *pull out* apenas um comprimento pré-definido é inserido na matriz, conforme Fig. 15.



(A) (B)

Figura 15: Diferença entre corpos de prova teste de *pull out* (A) e *fragmentation test* (B).

Para a fabricação dos corpos de prova do *fragmentation test,* primeiramente foi necessário o projeto de um molde específico para a produção de corpos de prova no formato de osso de cão, segundo dimensões descritas na norma BS 2782.

Devido à complexidade geométrica dos corpos de prova e os custos agregados para a produção de um molde metálico, optou-se pela fabricação de um molde em silicone. Para tal, foram impressos 5 modelos do corpo de prova em impressão 3D para serem usados como contramolde e foi utilizado 1 kg de borracha vermelha de uso industrial (fornecida pela Epoxy Fiber, Rio de Janeiro – Brasil) para a produção do molde, conforme Fig. 16. O processo de cura do silicone foi a temperatura ambiente durante 24 horas.

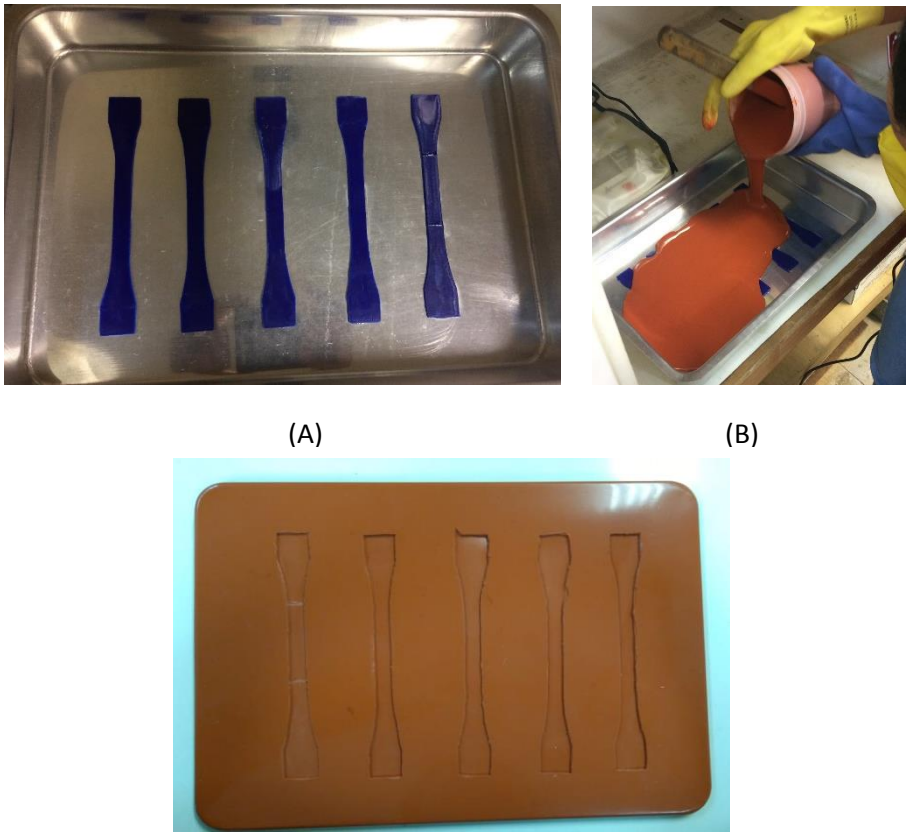


Figura 16: Produção molde de silicone. (A) posicionamento modelos (B) produção molde de silicone (C) molde finalizado.

Ao todo foram produzidos 10 corpos de prova de cada tipo de fibra nas condições com e sem tratamento químico superficial. Portanto, os fios de cada tipo de

fibra foram posicionados no meio de cada cavidade do molde, seguido pelo seu preenchimento com a resina epóxi utilizada neste estudo, como pode ser visto na Fig. 17.



Figura 17: Corpo de prova *fragmentation test.*

3.2.1.5. *Short beam* teste de flexão a 3 pontos

Como mencionando anteriormente o short beam test tem como objetivo prever o comportamento a delaminação dos compósitos híbridos produzidos (juta + curauá, juta + rami, juta + sisal e juta + fibra de vidro).

Os tecidos híbridos foram produzidos a partir de um tecido bidirecional de juta, no qual as demais fibras foram costuradas nos espaços vazios. Criando assim, um tecido híbrido intralaminar a ser usado na fabricação dos compósitos híbridos reforçados com fibras naturais, conforme Fig. 18.

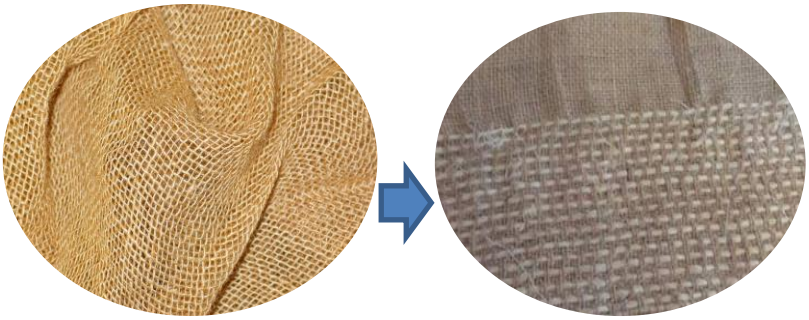


Figura 18: Fabricação tecidos híbridos.

De tal modo que os tecidos híbridos possuem um percentual mássico de 60% de juta e 40% das demais fibras (rami, curauá, sisal e fibra de vidro).

Foi empregado o processo de laminação manual, no qual os tecidos híbridos foram empilhados e posicionados em um molde metálico. Logo após a resina foi aplicada através da utilização de espátulas de silicone a fim de facilitar e uniformizar a sua aplicação.

Em seguida o compósito foi submetido a um processo de cura em uma prensa hidráulica SOLAB (presente no laboratório de compósitos e adesivos do CEFET/RJ) a 80°C durante 6 horas, conforme Fig. 19.



Figura 19: Laminação compósitos híbridos.

Tais compósitos foram produzidos com uma proporção de 30% de fibras de reforço por 70% de matriz (porcentagem em peso). Logo após a fabricação dos laminados foram separados 10 corpos de prova, de cada tipo de compósito híbrido, nas dimensões de 33 x 8 x 2 mm conforme a ASTM D2344, Fig. 20.



Figura 20: Corpos de prova *short beam test.*

3.2.2. Ensaios

Uma boa adesão interfacial entre fibra/matriz é um fator muito importante para garantir que o material compósito possua a menor quantidade de vazios possível na sua estrutura, além de garantir melhores propriedades mecânicas. Por conseguinte, torna-se interessante estudar a adesão entre fibra e matriz e formas de melhorá-la.

Para tal alguns testes podem ser executados como:

- Teste de *Pull out*;
- *Fragmentation test*;
- *Short beam* – teste de flexão a 3 pontos.

Também foram realizados testes de tração de uma única fibra a fim de verificar a influência dos tratamentos químicos superficiais na resistência mecânica das fibras.

3.2.2.1. Teste de tração fibra única

Cerca de 15 amostras, de cada tipo de fibra, foram testadas a tração em uma Instron modelo 5966 com célula de carga de 10kN (presente no laboratório de compósitos e adesivos do CEFET/RJ) e velocidade do ensaio equivalente a 0,2mm/min.

3.2.2.2. Teste de *Pull out*

O teste de *Pull out* trata-se do englobamento de uma única fibra em um grande volume de matriz polimérica. Em seguida os corpos de prova são submetidos a um teste de tração até a completa extração da fibra, ou até a sua ruptura (LIMA *et al.*, 2016; NASTUZZO *et al.* , 2007). Em especial, no caso de fibras naturais não se utiliza apenas uma única fibra e sim, um fio (com a presença de várias fibras singulares) devido a morfologia deste tipo de fibra, conforme Fig. 21.

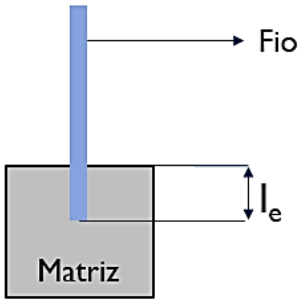


Figura 21: Esquema corpo de prova teste de *pull out.*

Após a execução do teste de tração, com o registro dos valores de força e deslocamento é possível calcular a tensão máxima de cisalhamento interfacial (TISS) entre a fibra, no caso o fio, com a matriz, conforme a Eq. 1.

$$Tiss = (\frac{Fmáx}{\pi * d * le}) \quad (1)$$

Em que:

$F_{máx}$ – Força máxima registrada ao longo do teste;

d – Diâmetro do fio;

l_e – Comprimento da fibra inserido no cubo de resina.

Vale ressaltar que o comportamento da tensão máxima de cisalhamento entre as interfaces da fibra e da matriz é não linear e restrito a uma pequena área, entretanto a equação 1 representa uma boa estimativa deste valor.

Também é importante a determinação do comprimento crítico de englobamento das fibras na matriz polimérica, ou seja, dimensão sob a qual é garantido o rompimento dos corpos de prova na interface. Comprimentos superiores àqueles denominados críticos levam ao rompimento da fibra, uma vez que os esforços cisalhantes se tornam superiores a tensão de ruptura da própria fibra (LIMA *et al.*, 2016; NASTUZZO *et al.*, 2007).

A equação 2 representa a forma de cálculo do comprimento crítico (*Lc*), a partir da tensão de ruptura (σrf) e diâmetro (*d*) da fibra pela tensão máxima de cisalhamento interfacial (τiss).

$$Lc = \frac{\sigma rf * d}{2 * \tau iss} \quad (2)$$

3.2.2.3. Requisitos para Execução do Teste

A fim de garantir a elegibilidade dos resultados dos testes de *pull out* alguns fatores devem ser levados em consideração como (CUCCO *et al.*, 2008; LIMA *et al.*, 2016):

- **Tipo de Fixação dos Copos de Prova na Máquina de Teste:** Existem dois tipos de fixação dos corpos de prova nas máquinas de tração: *Restrained Top Constrain* (RTC) e *Fixed Bottom Contrain* (FBC), conforme a Fig. 22.

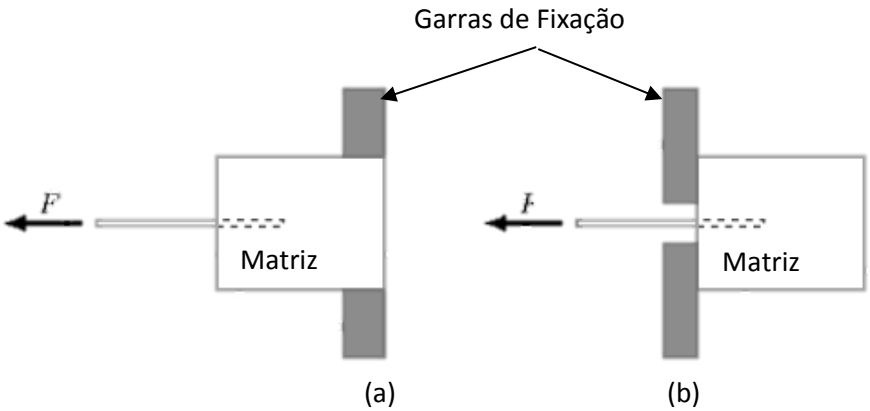


Figura 22: Tipos de fixação teste de *pull out* (a) FBC (b) RTC.

Fonte: (LIMA *et al.*, 2016).

Na garra do tipo RTC, os esforços sobre o corpo de prova estão alinhados na mesma direção da fibra devido a garantia do seu alinhamento com o ponto de aplicação da força. Enquanto que na garra do tipo FBC os esforços comportam-se de maneira compressiva, gerando concentrações de tensões no bloco de resina podendo alterar os resultados do teste.

- **Regularidade e Padronização dos Cubos de Resina:** É de extrema importância para a validação dos resultados a garantia de uma boa reprodutibilidade dos corpos de prova, além da mínima presença de defeitos, para isso fez-se interessante a utilização de um molde capaz de produzir corpos de prova padrão.

3.2.2.4. *Fragmentation test*

Dez amostras, de cada tipo de fibra, foram testadas a tração em uma Instron modelo 5966 com célula de carga de 10kN (presente no laboratório de compósitos e adesivos do CEFET/RJ) e velocidade do ensaio equivalente a 0,5mm/min.. Assim como o teste de *pull out* a tensão máxima de cisalhamento interfacial também é determinada pela equação 1, porém, neste caso, o valor do comprimento de englobamento será pré-fixado e equivalente ao comprimento total do corpo de prova, ou seja, 150 mm.

3.2.2.5. *Short beam* teste de flexão em três pontos

Com o propósito de avaliar os efeitos dos tratamentos químicos superficiais na interface camada de tecido híbrido e matriz, ou seja, na resistência a delaminação do compósito híbrido foi realizado o teste de *short beam* em flexão a três pontos. Diferentemente do que ocorre nos testes de *pull out* e *fragmentation*, neste teste tem-se o resultado da tensão máxima de cisalhamento aparente ideal para avaliar a influência real da adesão no produto final, uma vez que seu resultado leva em consideração fatores como método de laminação, presença de vazios e afins (SILVA *et al.*, 2013).

Para a produção dos corpos de prova e execução dos testes foram utilizadas as normas ASTM 2344 e ASTM D790, que recomenda uma relação de espessura do corpo de prova e o espaçamento entre os pontos de aplicação da força equivalentes a 4:1 a fim de garantir a delaminação da amostra, conforme Fig. 23.

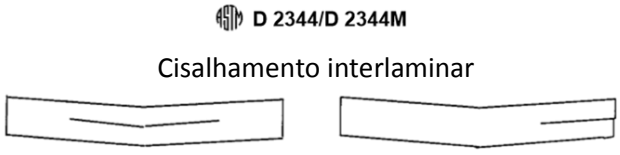


Figura 23: Norma ASTM 2344.

Fonte:(ASTM, 2000).

3.2.3. Execução dos testes

Em todos os testes foi utilizada a máquina Instron modelo 5966 com uma célula de carga de 10kN, presente no laboratório de compósitos e adesivos – LADES do CEFET/RJ.

Em especial para o teste de *pull out* foi necessário à fabricação de uma garra específica, do tipo *Restrained Top Constrain* (RTC) para a fixação dos blocos de resina, com espaço apenas para a passagem da fibra, conforme Fig. 24.

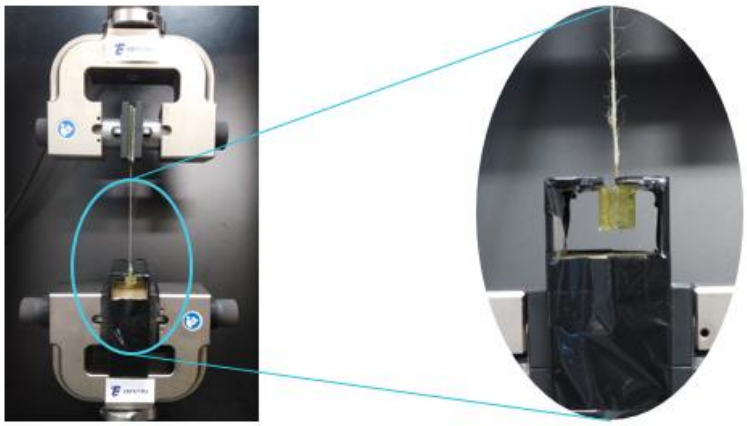


Figura 24: Detalhe garra teste de *pull out.*

Na tabela 8 seguem as velocidades de ensaio utilizadas em cada teste.

Tabela 8: Velocidades dos ensaios.

Tipo de Teste	Velocidade de Ensaio (mm/min)
Resistência do fio	0,2
Fragmentation* e *pull out	0,5
Short beam	1

3.2.4. Microscopia ótica e eletrônica de varredura

Com o objetivo de verificar a influência dos tratamentos superficiais na morfologia das fibras estudadas, estas foram analisadas no microscópio de varredura eletrônica (MEV- FEG) JSM – 7100 F – JEOL, do laboratório multiusuário de nano fabricação e caracterização de nano materiais, NANOFAB, vinculado a Universidade Estadual do Rio de Janeiro – UERJ. Para isso as fibras foram fixadas no porta amostras através de uma fita condutora, de tal modo que não se fez necessário o recobrimento das fibras naturais analisadas. A velocidade dos elétrons utilizada para as análises foi de 15 KV para todos os tipos de fibras nas 3 condições.

Para a análise e medição do diâmetro das fibras únicas foi utilizada a técnica de microscopia ótica do laboratório de materiais (LAMAT) do CEFET/RJ. Para tal foi utilizado um microscópio ótico Olympus BX60M com aumento máximo de 1000 vezes.

Capítulo 4

Análise dos resultados

Neste capítulo são apresentados os principais resultados dos testes de tração da fibra única, *pull out*, *fragmentation* e *short beam* de flexão a 3 pontos. Além das imagens de MEV das fibras nas 3 condições de tratamento químico superficial.

4.1. Caracterização da morfologia das fibras naturais

Micrografias de microscopia eletrônica de varredura foram utilizadas para verificar a influência dos tratamentos químicos superficiais na morfologia das fibras naturais estudadas (juta, rami, sisal e curauá) e, consequentemente, sua influência na adesão interfacial matriz / fibra. Para cada fibra, as imagens são apresentadas sob as condições: sem tratamento (apenas lavado), alcalinizado e alcalinizado + silanizado.

Como pode ser visto nas imagens das figuras 25 a 28, o tratamento de alcalinização auxilia na remoção de impurezas e componentes orgânicos como a lignina e hemicelulose da superfície das fibras, de forma a aumentar a rugosidade e umidade das fibras, como evidenciado anteriormente em várias pesquisas (FIDELIS *et al.*, 2013; TRAGOONWICHIAN *et al.*, 2006; ALBINANTE *et al.*, 2013; NUNNA *et al.*, 2012). Em particular, as fibras de rami e sisal (Fig. 26 (B) e Fig. 27 (B), respectivamente) apresentaram um aumento significativo da rugosidade em sua superfície com a aplicação do tratamento alcalino com concentração de 2g de NaOH para 100ml de água.

O tratamento misto de alcalinização seguido de silanização contribui para o crescimento da rugosidade superficial da fibra devido ao tratamento alcalino e à criação de um revestimento sobre a fibra a partir da deposição de silano. Esta sequência de tratamentos de superfície proporciona uma intensificação na eficiência de deposição de silano, o que contribuirá para aumentar a interligação das interfaces, melhorando assim a adesão fibra / matriz e as propriedades mecânicas do compósito

final (FIDELIS *et al.*, 2013; NUNNA *et al.*, 2012).

No entanto, nem todas as fibras naturais reagem positivamente aos tipos de tratamentos químicos de superfície. Em particular, as fibras de juta e curauá apresentaram significativa degradação, demonstrado por fendas e vazios nas fibras, quando submetidas ao tratamento misto de alcalinização + silanização, conforme Fig. 25 (C) e 28 (C).

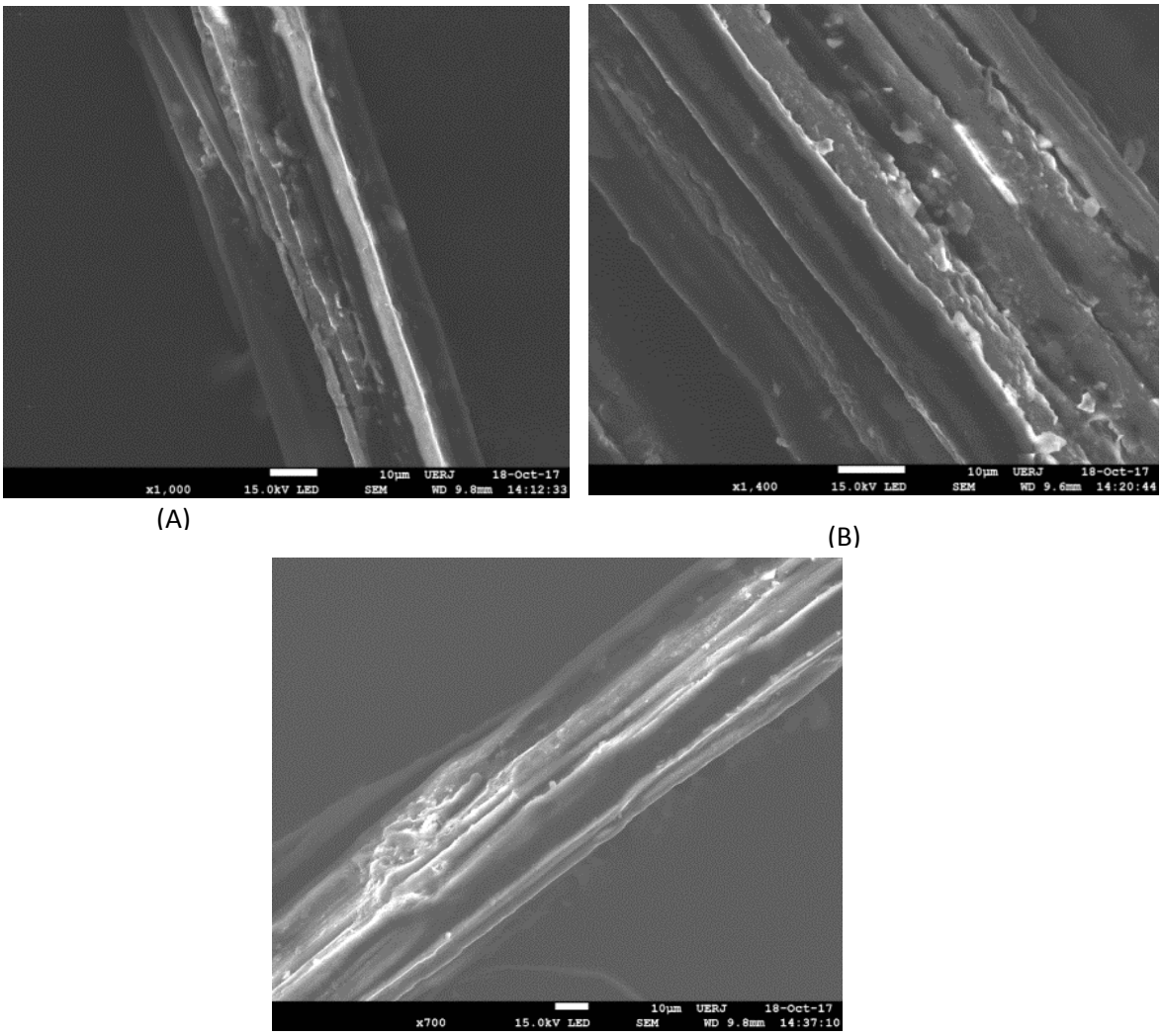


Figura 25: Micrografias MEV – (A) Juta sem tratamento, (B) Juta alcalinizada, (C) Juta tratamento misto

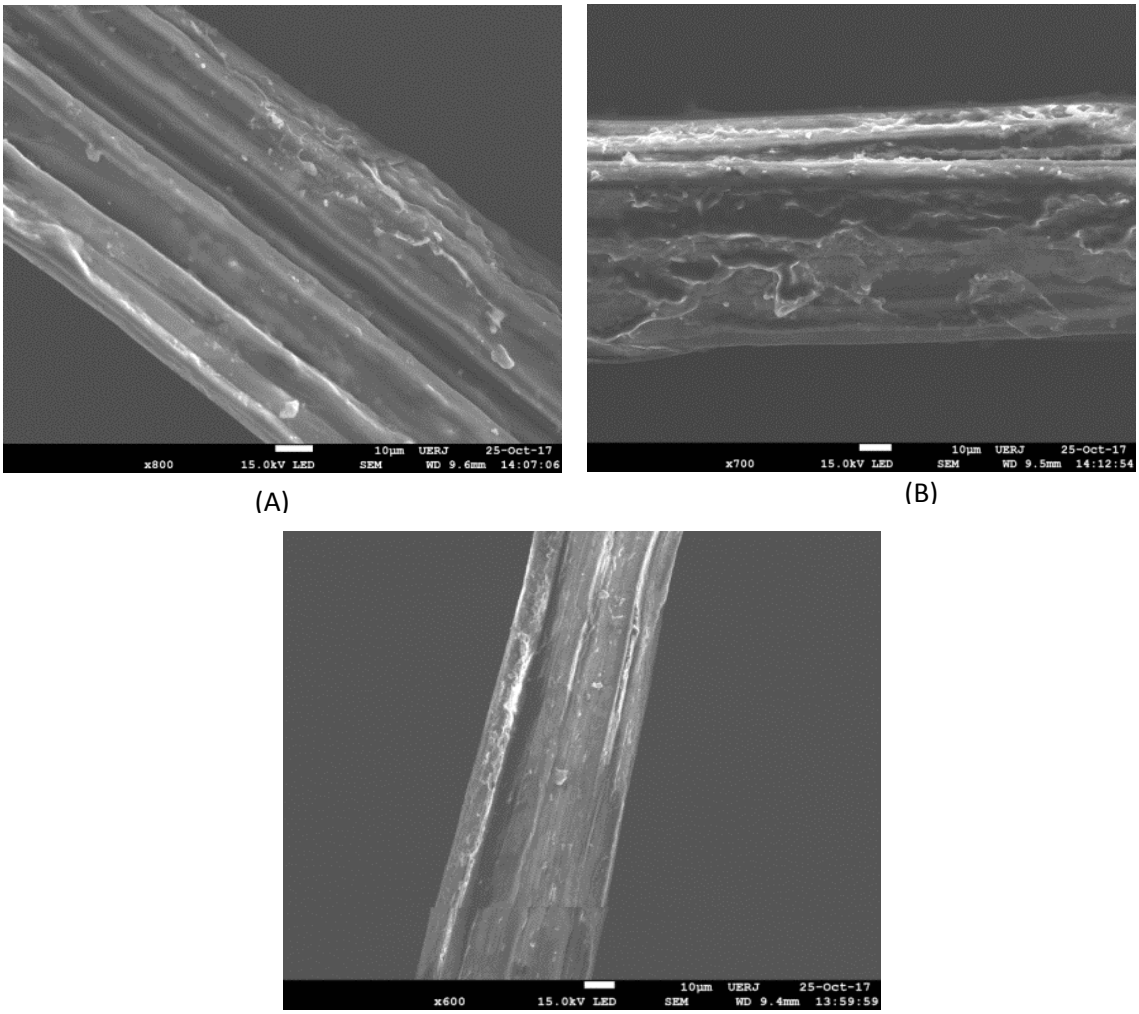
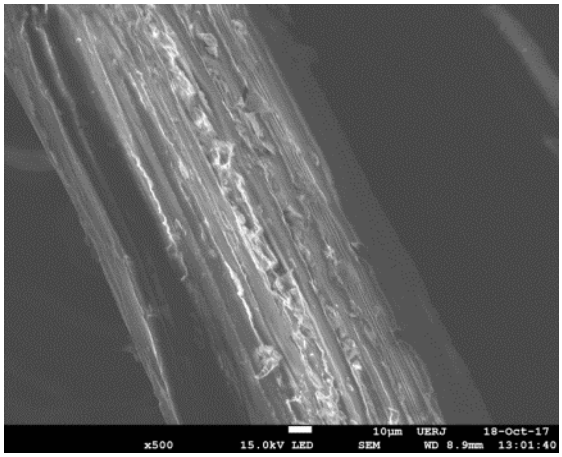
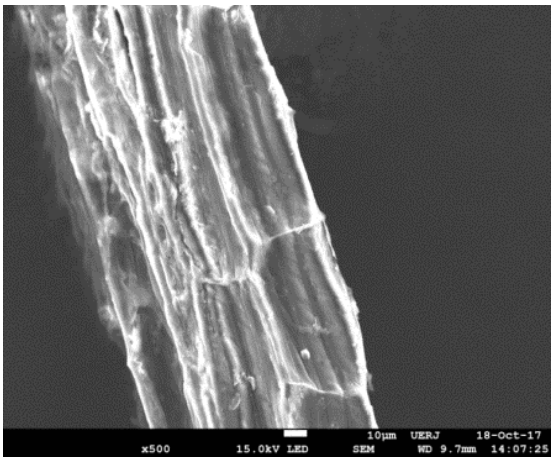


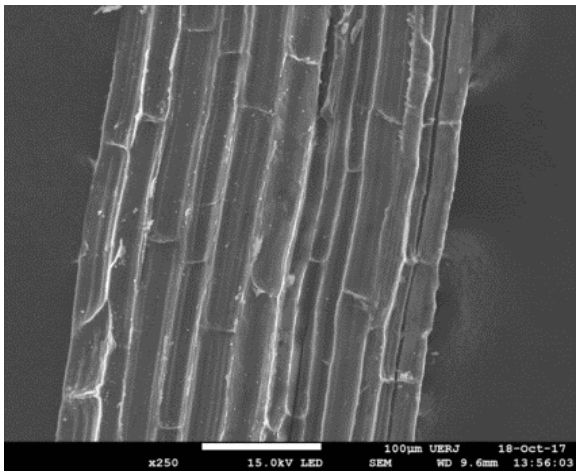
Figura 26: Micrografias MEV – (A) Rami sem tratamento, (B) Rami alcalinizada, (C) Rami tratamento misto



(A)

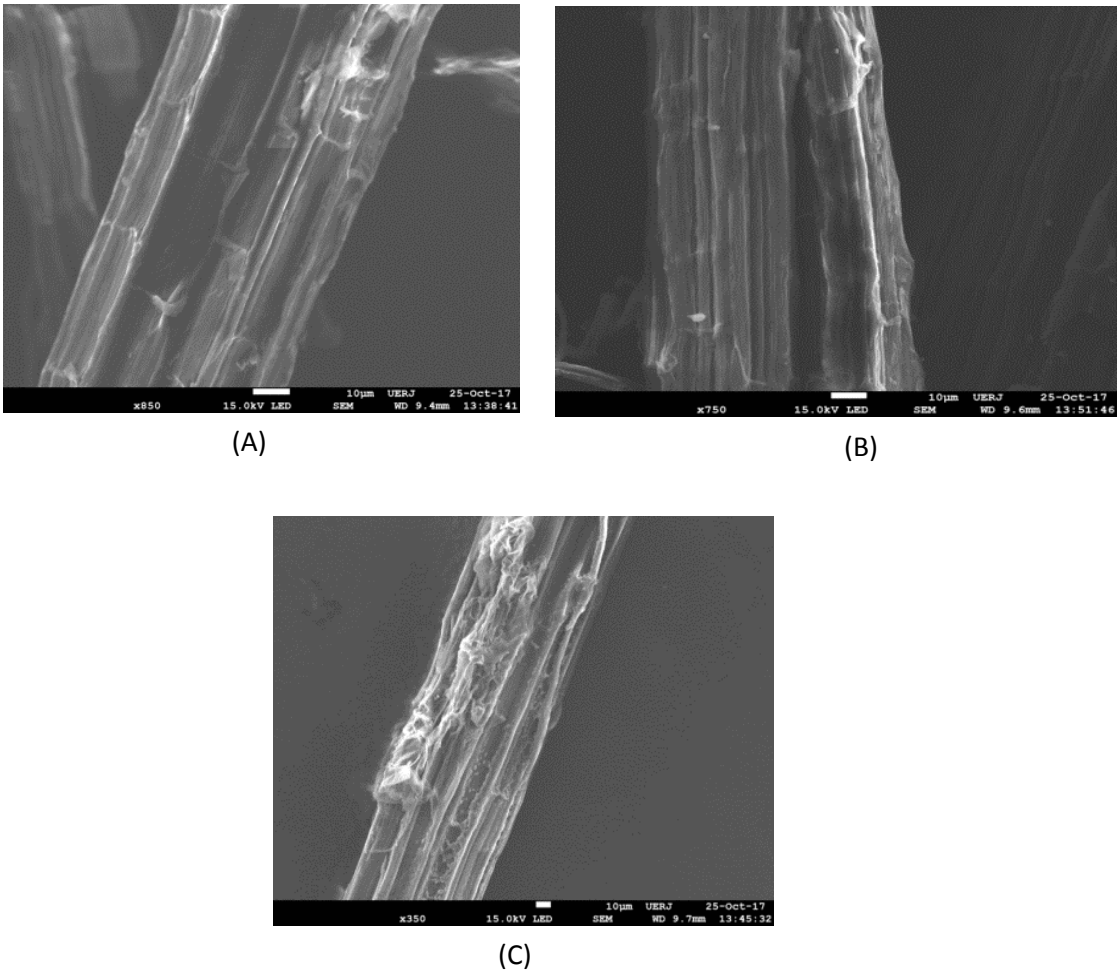


(B)



(C)

Figura 27: Micrografias MEV – (A) Sisal sem tratamento, (B) Sisal alcalinizada, (C) Sisal tratamento misto



(A) (B)

(C)

Figura 28: Micrografias MEV – (A) Curauá sem tratamento, (B) Curauá alcalinizado e (C) Curauá tratamento misto.

Enfim, foi possível observar que os tratamentos químicos superficiais apresentam grande impacto na morfologia das fibras naturais. Em particular, a fibra de sisal foi a que demonstrou relevante melhora em sua morfologia após os tratamentos superficiais, os quais foram responsáveis pela eliminação de impurezas, exposição da hemicelulose e, por conseguinte uma estrutura uniforme da fibra. Já as fibras de juta e curauá apresentaram após os tratamentos a presença de vazios, fendas e regiões de irregularidades na sua superfície indicando que as fibras sofreram uma degradação.

4.2. Determinação do diâmetro das fibras

Após a análise da morfologia das fibras em MEV, determinou-se o diâmetro das mesmas a fim de verificar se ocorreu alguma variação no diâmetro das fibras após os tratamentos químicos superficiais, conforme figuras 29 a 32. Vale lembrar que para a determinação do diâmetro foi utilizada a técnica de microscopia ótica.

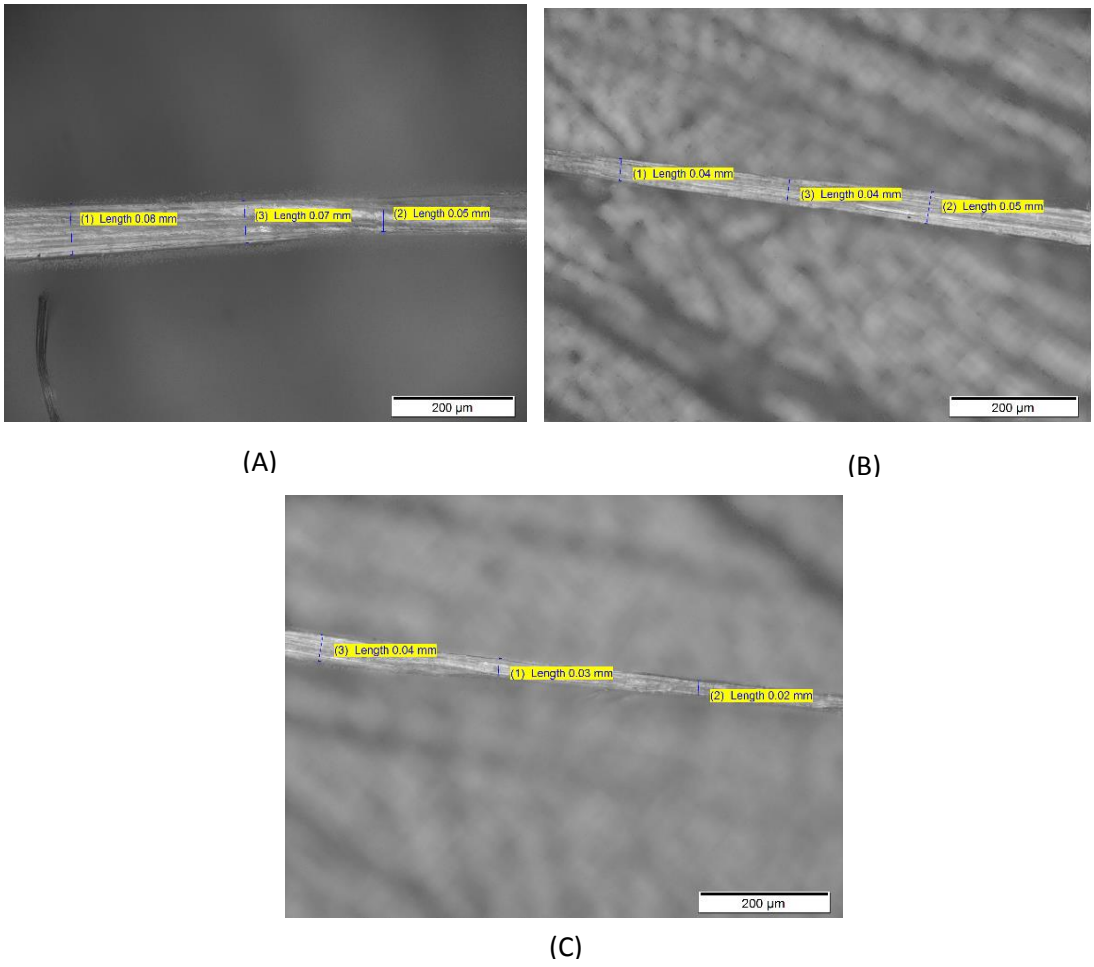
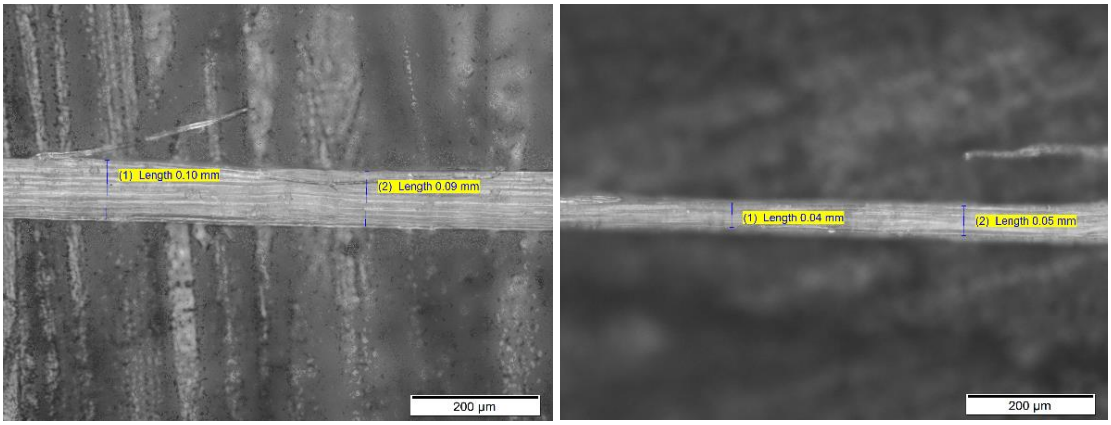
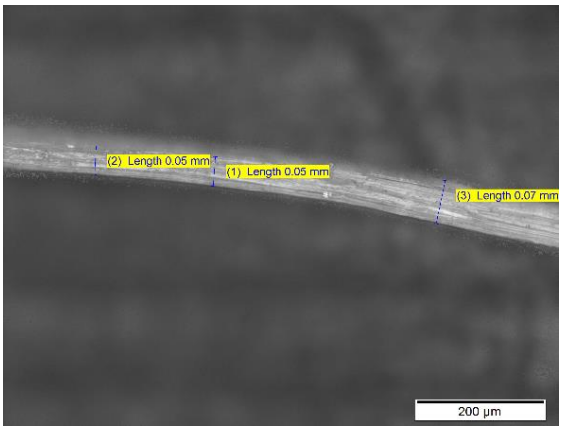


Figura 29: Diâmetro das fibras – (A) Juta sem tratamento, (B) Juta alcalinizada, (C) Juta tratamento misto.



(A) (B)



(C)

Figura 30: Diâmetro das fibras – (A) Rami sem tratamento, (B) Rami alcalinizada, (C) Rami tratamento misto.

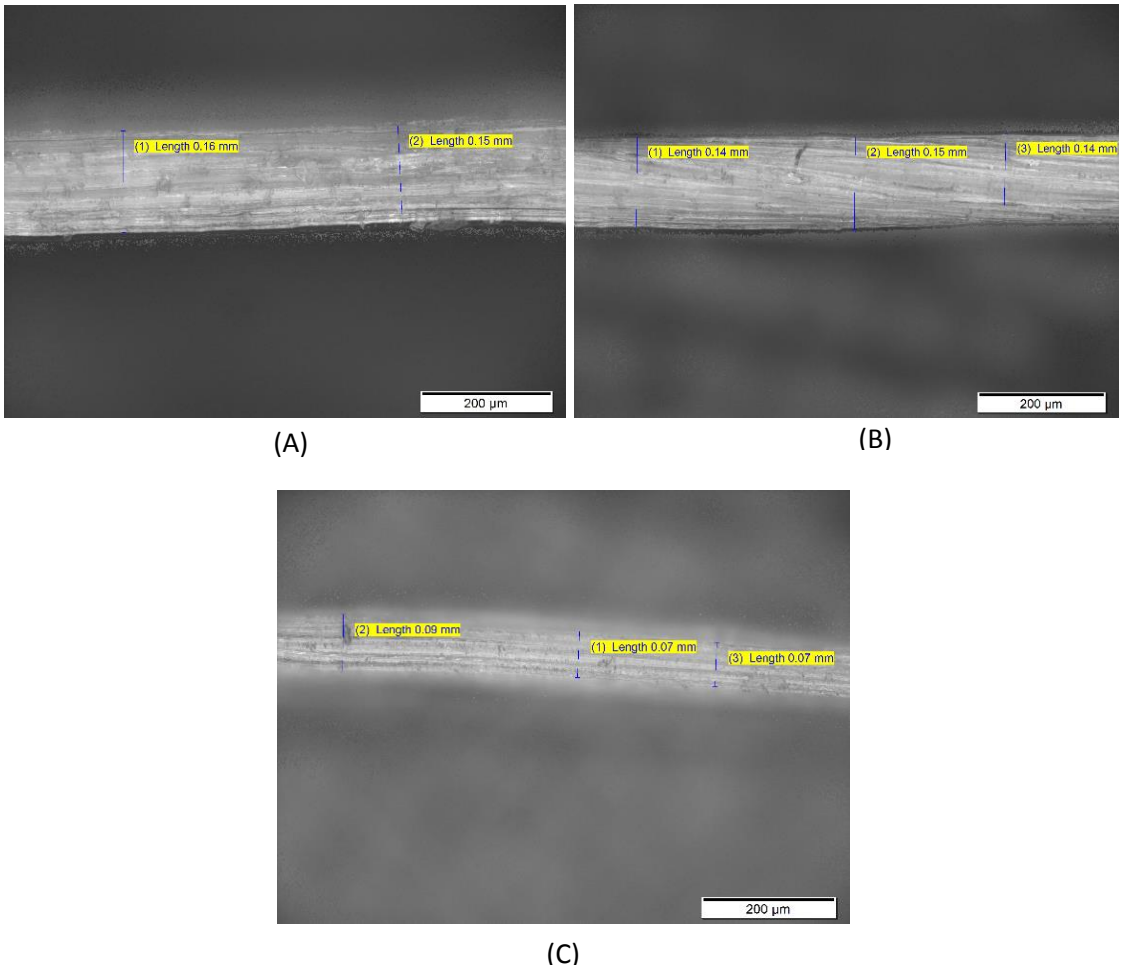


Figura 31: Diâmetro das fibras – (A) Sisal sem tratamento, (B) Sisal alcalinizada, (C) Sisal tratamento misto.

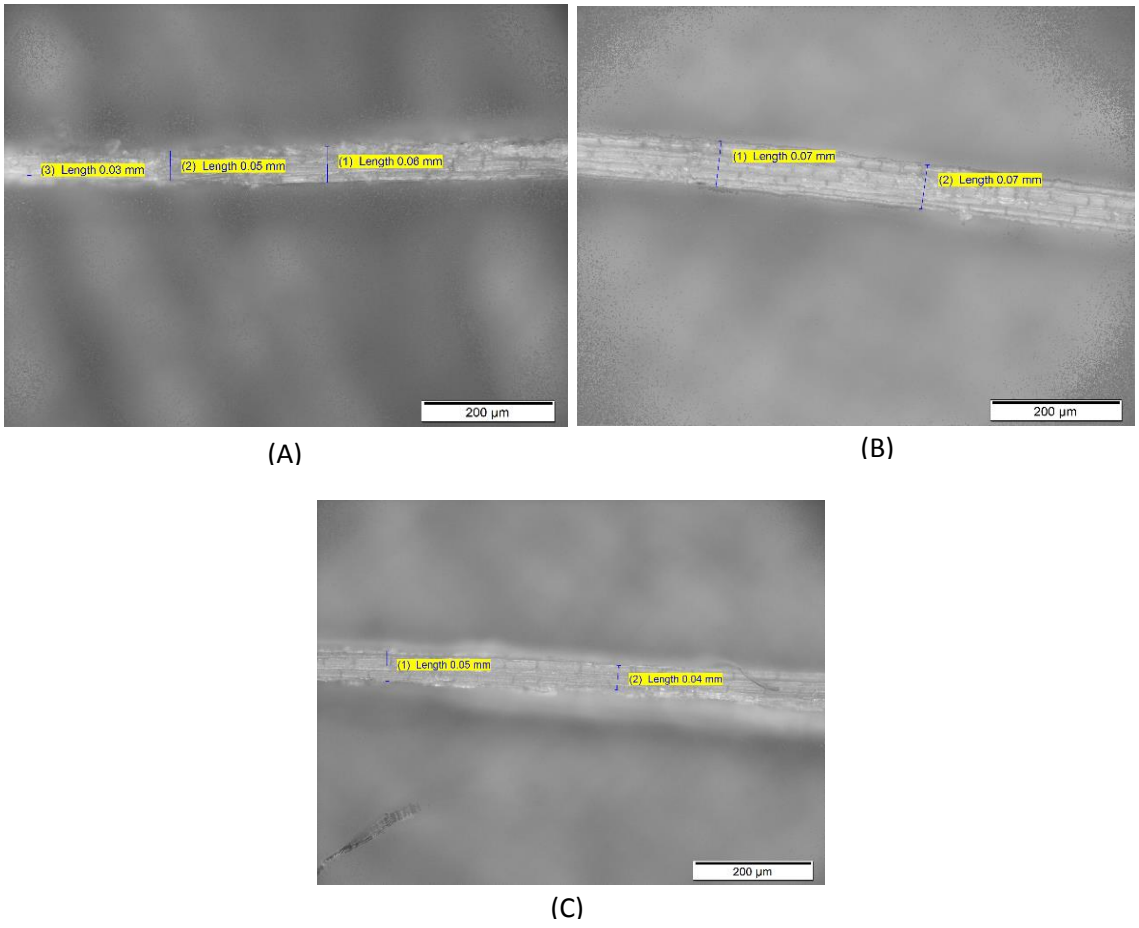


Figura 32: Diâmetro das fibras – (A) Curauá sem tratamento, (B) Curauá alcalinizado e (C) Curauá tratamento misto.

As variações de diâmetro podem ser verificadas na Tab. 9.

Tabela 9: Diâmetro das fibras únicas.

Fibras únicas		Diâmetro (mm)	
Curauá	sem tratamento	0,046	± 0,013
	alcalinizada	0,070	± 0,018
	tratamento misto	0,045	± 0,005
Juta	sem tratamento	0,066	± 0,013
	alcalinizada	0,045	± 0,005
	tratamento misto	0,03	± 0,009
Rami	sem tratamento	0,095	± 0,005
	alcalinizada	0,045	± 0,005
	tratamento misto	0,065	± 0,015
Sisal	sem tratamento	0,150	± 0,01
	alcalinizada	0,150	± 0,01
	tratamento misto	0,090	± 0,01

Como pode ser observado nas figuras 29 a 32 e tabela 9, as fibras de juta e rami apresentaram uma redução no seu diâmetro após o processo de alcalinização, provavelmente correlacionado a eliminação da celulose e exposição da hemicelulose durante a imersão na solução alcalina. Já a fibra de sisal, por exemplo, não apresentou alterações consideráveis em sua seção transversal após os tratamentos superficiais. Vale salientar que a fibra de curauá foi a única que após o tratamento de alcalinização apresentou um aumento do diâmetro, que pode ser associado a um inchaço da fibra, a ser melhor investigado em trabalhos futuros.

4.3. Resistência a tração fibra única

A fim de verificar a influência dos tratamentos químicos superficiais nas propriedades mecânicas das fibras naturais foram executados testes de tração para cada tipo de fibra única estudado (sisal, rami, curauá e juta). Neste caso, foram utilizados os diâmetros medidos em microscopia ótica para cada tipo de fibra única (Tab. 9). A figura 33 apresenta um gráfico com as máximas tensões de ruptura para cada tipo de fibra.

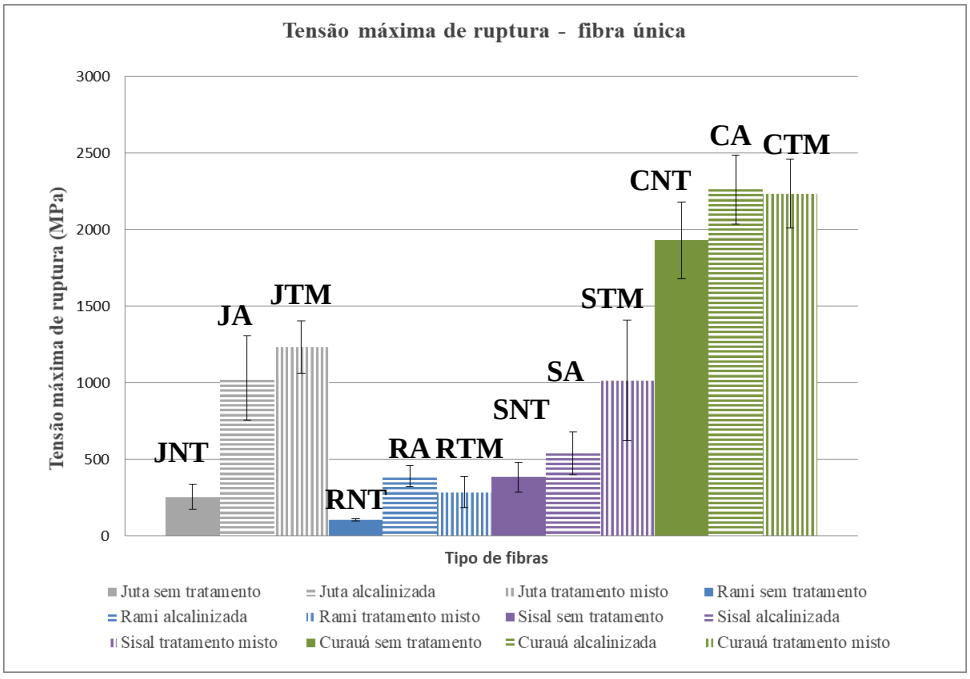


Figura 33: Tensão máxima de ruptura em função do tipo de fibra.

Como pode ser observado no gráfico da figura 33, todas as fibras apresentaram melhora na resistência a tração após a realização do tratamento alcalino. Em particular, a fibra de juta e sisal apresentaram significativo aumento na tensão máxima de ruptura a tração após o tratamento misto (alcalinização + silanização). Já as fibras de juta e curauá não apresentaram alterações significativas entre os tratamentos alcalino e misto, levando em consideração o desvio padrão. Enquanto que a fibra de rami apresentou uma redução da tensão máxima de ruptura após o tratamento misto.

Na tabela 10, são apresentados de forma detalhada os resultados obtidos após o teste de tração de cada fibra.

Tabela 10: Resultados teste de tração fibra única

Tipo de fibra		Força (N)		Tensão de ruptura (MPa)		Alongamento (%)		Módulo de Young (GPa)		densidade (g/cm³)
Curauá	sem tratamento	3,37	± 0,41	1929,80	± 249,5	11,59	± 2,68	52,26	± 33,2	1,33
	alcalinizada	3,60	±0,35	2262,12	± 225,3	11,62	± 1,77	33,55	± 26,2	1,31
	tratamento misto	3,42	± 0,35	2235,69	± 223,7	7,28	± 1,15	33,78	± 34,4	1,17
Juta	sem tratamento	0,89	± 0,43	254,46	± 80,3	6,34	± 1,84	30,24	± 15,8	1,15
	alcalinizada	1,83	± 0,44	1031,65	± 274,8	7,93	± 0,94	56,87	± 31,1	1,11
	tratamento misto	0,88	± 0,12	1234,64	± 171,1	6,36	± 2,52	90,18	± 47,3	1,36
Rami	sem tratamento	0,77	± 0,05	104,64	± 7,28	6,39	± 1,14	31,76	± 29,3	1,2
	alcalinizada	0,64	± 0,11	390,11	± 68,2	7,03	± 3,36	97,04	± 47,9	1,27
	tratamento misto	0,97	± 0,35	284,83	± 103,1	6,47	± 0,95	31,12	± 36,1	1,36
Sisal	sem tratamento	6,05	± 1,5	382,55	± 83,7	9,54	± 3,13	44,84	± 16,9	1,3
	alcalinizada	8,88	± 2,28	538,49	± 138,2	9,74	± 1,50	76,16	± 14,9	1,28
	tratamento misto	13,12	± 1,76	1015,39	± 350,7	10,42	± 2,57	94,19	± 27,8	1,28

Conforme pode ser visto na tabela 10, as condições que apresentaram maiores valores absolutos em relação à máxima tensão de ruptura e ao módulo de Young para cada tipo de fibra foram: tratamento misto para as fibras de juta e sisal; e tratamento alcalino para a fibra de rami e curauá.

A fibra de curauá alcalinizada apresentou uma melhora de 17% na sua resistência à tração em relação à fibra de curauá sem tratamento. Enquanto que a fibra de curauá alcalinizada + silanizada apresentou uma melhora de 15%. Sendo assim, neste caso, é mais recomendado a utilização da fibra de curauá apenas alcalinizada.

A fibra de juta, por sua vez, apresentou um aumento na tensão máxima de ruptura equivalente a 305 % e 385%, para as condições alcalinizadas e com tratamento misto, respectivamente.

Já a fibra de rami após o processo de alcalinização apresentou uma melhora na sua resistência a tração de cerca de 270%. Já a fibra de sisal, após o tratamento misto,

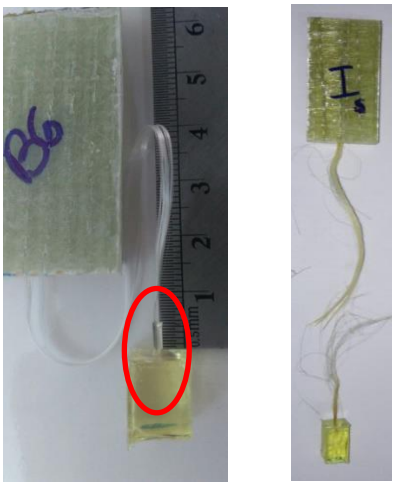
apresentou um aumento de 165% na tensão máxima de ruptura a tração.

Tais resultados estão de acordo com a literatura (KABIR *et al.*, 2012, FIDELIS *et al.*, 2013; PICKERING *et al*., 2016).

4.4. Teste de *Pull out*

Com o objetivo de verificar a influência dos tratamentos químicos superficiais na adesão entre fibra/matriz foram executados testes de *pull out*. Como explicado anteriormente, o teste de *pull out* trata-se de um teste de tração, no qual parte do fio de fibra natural (conjunto de fibras) está englobado em um volume de matriz. No decorrer dos testes podem ocorrer dois tipos de falha: na interface, a partir da completa extração das fibras do volume de matriz, ou ruptura no próprio fio.

Nos testes realizados todas as falhas ocorreram no fio, conforme Fig. 34. Tal comportamento pode ser associado ao aumento de 5 mm do comprimento de englobamento dos corpos de prova.



(a) (b)

Figura 34: (a) comprimento extra de englobamento; (b) ruptura no fio.

Dessa forma, os resultados obtidos nos testes foram capazes de descrever o comportamento de um conjunto de fibras naturais (fio) a tração, Fig. 35. Para o cálculo da tensão máxima a tração, considerou-se os diâmetros do conjunto de fibras (Tab. 5).

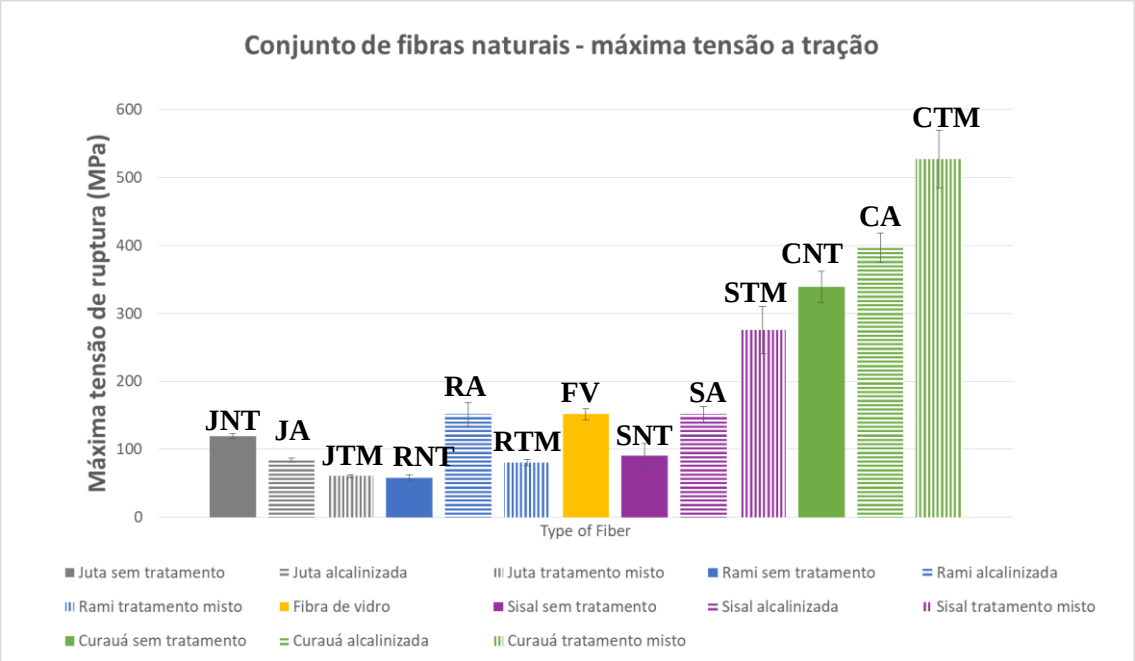


Figura 35: Tensão máxima de ruptura - conjunto de fibras.

Como podem ser observados no gráfico da figura 35, os tratamentos químicos superficiais não apresentaram o mesmo efeito para todos os tipos de fio. Os fios de rami e sisal alcalinizado apresentaram valores de máxima tensão de ruptura equivalentes aos encontrados pelo fio de fibra de vidro. Enquanto que os fios de sisal com tratamento misto e de curauá sob as três condições mostraram melhor comportamento a tração que a fibra de vidro.

Em comparação com a resistência de uma fibra única, o fio de juta apresentou comportamento inverso, ou seja, o fio que apresentou melhor resistência mecânica a tração foi aquele na condição sem tratamento. Esta redução na resistência do fio provavelmente está associada a componente do atrito, devido à presença de mais de uma fibra, e ao fato que as fibras de juta apresentam comprimentos inferiores ao comprimento total do fio. De tal forma que os tratamentos superficiais foram consideravelmente agressivos e afetaram os componentes orgânicos que mantinham as fibras entrelaçadas (BENSADOUN *et al.*, 2017).

Na tabela 11 estão detalhados os resultados obtidos após os testes de tração dos fios de cada tipo de fibra natural.

Tabela 11: Propriedades mecânicas - conjunto de fibras naturais.

Conjunto de fibras		Força máxima de ruptura(N)			Tensão máxima de ruptura (MPa)			Alongamento (%)			Módulo de Young (GPa)		
Fibra de vidro		42,84	±	8,19	151,62	±	42,93	3,16	±	0,45	66,02	±	16,79
Curauá	sem tratamento	96,40	±	35,06	290,53	±	105,72	5,50	±	0,99	71,64	±	23,66
	alcalinizado	131,60	±	21,70	396,82	±	95,03	4,78	±	1,10	80,32	±	25,80
	tratamento misto	174,91	±	42,51	527,39	±	128,19	2,85	±	0,39	90,17	±	4,24
Juta	sem tratamento	33,83	±	3,53	119,71	±	23,61	4,41	±	1,30	88,79	±	5,73
	alcalinizado	23,65	±	3,14	83,70	±	19,30	2,79	±	0,67	88,79	±	5,73
	tratamento misto	17,24	±	2,08	61,02	±	7,38	1,19	±	0,30	85,66	±	12,36
Rami	sem tratamento	16,53	±	4,31	58,52	±	35,32	4,45	±	1,41	63,96	±	33,89
	alcalinizado	42,89	±	17,63	151,78	±	64,65	2,31	±	0,82	89,87	±	4,86
	tratamento misto	22..86	±	4,53	80,91	±	24,31	2,43	±	0,40	198,69	±	26,20
Sisal	sem tratamento	110,66	±	18,11	90,22	±	33,93	4,71	±	1,02	24,73	±	2,16
	alcalinizado	185,87	±	11,60	151,53	±	9,91	3,99	±	0,09	36,89	±	16,35
	tratamento misto	337,90	±	34,70	275,25	±	43,04	4,13	±	0,01	37,06	±	8,44

Como mostrado na tabela 11, os melhores tratamentos químicos superficiais a serem empregados com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas do conjunto de fibras naturais são: tratamento alcalino – para a fibra de rami; tratamento misto para as fibras de curauá e sisal; e a condição sem tratamento para a fibra de juta.

Outra informação relevante a ser tirada do teste de *pull out* é o comprimento mínimo ou crítico das fibras na matriz polimérica para garantir a completa extração da fibra. Quanto maior o comprimento crítico, menor a adesão entre a fibra e a matriz. Uma das maneiras de determinar este valor é plotar a resistência à fratura da fibra pela tensão de cisalhamento interfacial em função do comprimento de englobamento, como pode ser visto nas Fig.36 e 37.

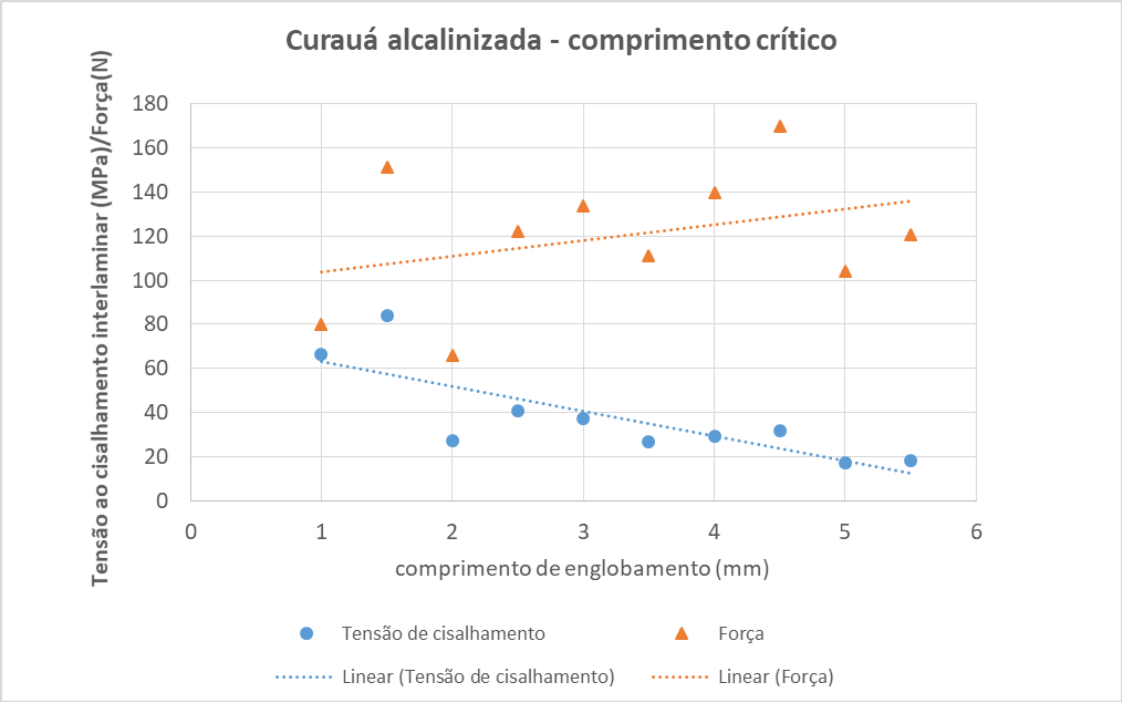


Figura 36: Comprimento crítico de englobamento - curauá alcalinizada.

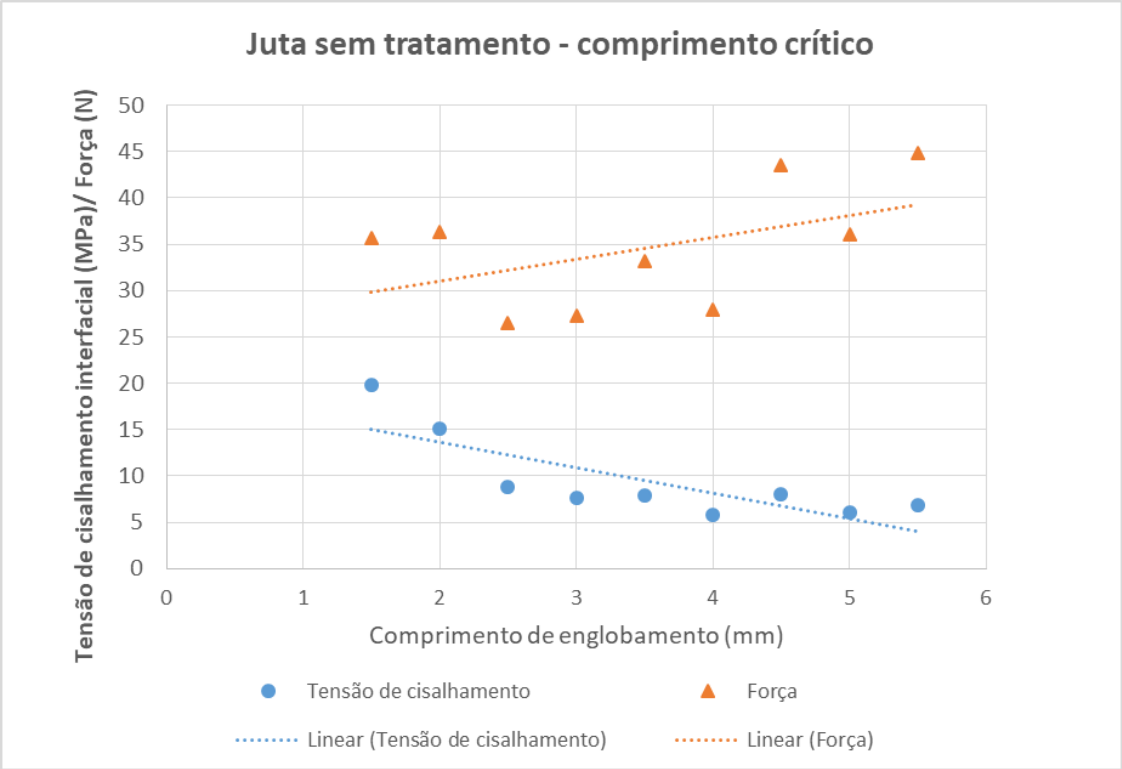


Figura 37: Comprimento crítico de englobamento - juta sem tratamento.

O ponto de encontro entre as curvas da força máxima de ruptura da fibra e a tensão de cisalhamento interfacial (ILSS) determina o comprimento crítico de englobamento. Como pode ser visto nos gráficos das figuras 30 e 31, a tendência das curvas se encontrarem é em comprimentos de englobamento inferiores a 1 mm, o que caracteriza uma boa adesão interfacial entre os componentes. No entanto, devido a restrições dimensionais do molde, não foi possível fabricar novamente os corpos de prova com comprimentos menores.

Sendo assim, fez se necessário a utilização de outros tipos de teste (*fragmentation* e *short beam* teste) para a análise da adesão interfacial entre fibra/matriz.

4.5. Fragmentation test

Diferentemente ao teste de pull out, no *fragmentation test* o comprimento de englobamento da fibra é equivalente ao comprimento total da fibra, de modo que a falha ocorra na interface. Na figura 38 e tabela 12 estão apresentados os resultados obtidos após os testes.

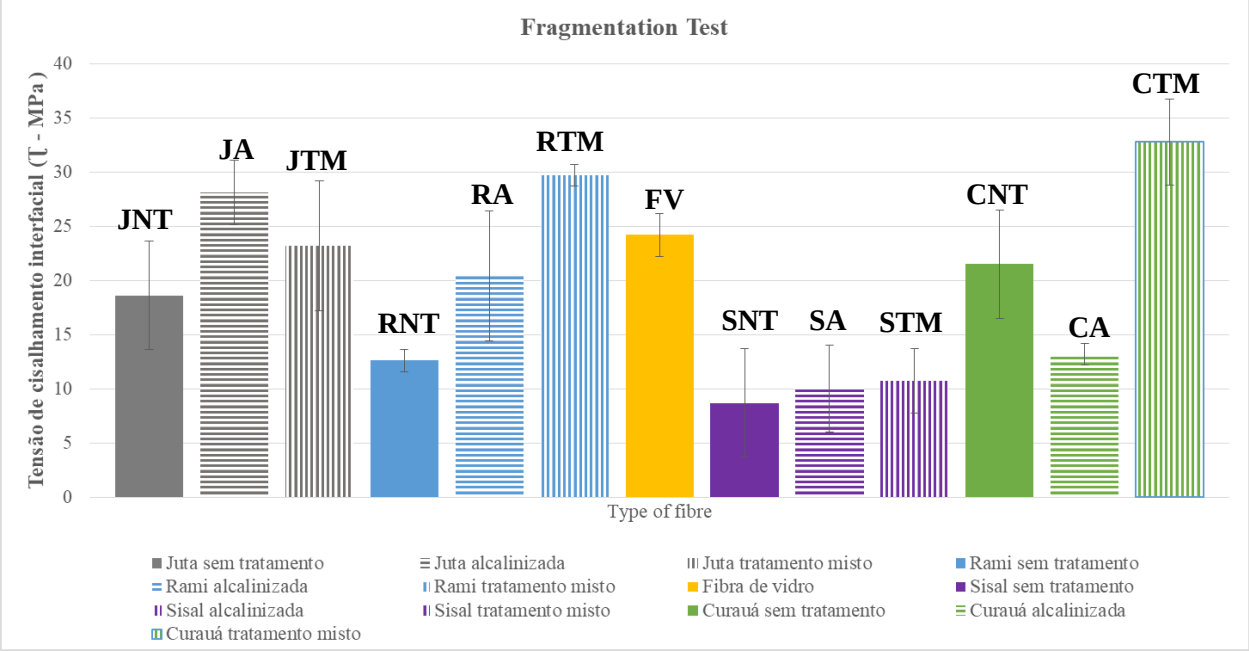


Figura 38: Resultado da tensão de cisalhamento interfacial (MPa) para as fibras estudadas.

Tabela 12: Resultados detalhados *fragmentation test*.

Tipo de fibras		Tensão de cisalhamento interfacial (Ƭ - MPa)		Máxima tensão de ruptura (σ - MPa)		Força máxima (N)	
Curauá	sem tratamento	21,50	± 5,30	3196,40	± 863,21	1060,10	± 243,90
	alcalinizada	13,20	± 1,20	1968,30	± 185,72	652,80	± 52,40
	tratamento misto	32,74	± 4,53	4876,26	± 731,23	1617,27	± 206,65
Juta	sem tratamento	18,59	± 4,10	2999,78	± 662,89	847,80	± 187,30
	alcalinizada	28,10	± 3,60	4519,00	± 586,58	1277,10	± 165,80
	tratamento misto	23,21	± 6,97	3744,05	± 1125,02	1058,07	± 317,99
Fibra de vidro	sem tratamento	24,18	± 2,30	3901,70	± 1785,9	1068,40	± 108,60
Rami	sem tratamento	12,60	± 1,71	2034,10	± 279,71	574,80	± 79,05
	alcalinizada	20,40	± 6,10	3297,07	± 982,77	931,75	± 277,74
	tratamento misto	29,68	± 1,60	4787,80	± 258,91	1353,03	± 169,87
Sisal	sem tratamento	8,68	± 4,98	672,30	± 269,19	824,60	± 363,40
	alcalinizada	10,05	± 4,12	778,40	± 235,31	954,80	± 250,40
	tratamento misto	10,74	± 3,28	831,91	± 122,12	1020,12	± 149,79

Uma boa adesão interfacial entre fibra/matriz é de fundamental importância para garantir que todos os esforços da matriz são transferidos a fibra, conferindo maior resistência mecânica ao compósito. A partir dos valores de força máxima de ruptura à tração, obtidos após cada teste, foi possível calcular a tensão máxima de cisalhamento interfacial que representa a máxima tensão necessária até a falha da interface (ZHANDAROV *et al*., 2014).

Como pode ser observado no gráfico da figura 38 e na tabela 12, a fibra de sisal apresentou os menores valores de tensão de cisalhamento interfacial. Já a fibra de juta apresentou melhor adesão interfacial quando submetida ao tratamento de alcalinização com τ = 28,10 MPa, valor este mais elevado que o da fibra de vidro (que por ser uma fibra sintética esperasse uma maior compatibilidade com matrizes poliméricas).

As fibras de rami e curauá apresentaram melhores resultados da tensão de cisalhamento interfacial após a ação do agente de acoplamento químico (silano) com valores equivalentes a 29, 68 e 32,74 MPa, respectivamente.

Este teste foi capaz apenas de identificar o melhor tipo de tratamento químico superficial para o compósito formado por um tipo de fibra e a matriz. Porém, um dos objetivos deste trabalho é estudar a influência dos tratamentos superficiais na adesão interfacial dos compósitos híbridos fabricados (juta + rami, juta + curauá, juta + sisal e juta + fibra de vidro). Sendo assim, tornou-se necessário a realização de outro tipo de teste, short beam teste de flexão a 3 pontos, que foi capaz de analisar a adesão

interfacial no compósito híbrido como um todo.

4.6. Short beam teste de flexão a 3 pontos

O *short beam* teste de flexão a 3 pontos foi realizado a fim de verificar os efeitos dos tratamentos químicos superficiais na adesão interlaminar (entre camadas) e, por consequência, a resistência a delaminação dos compósitos híbridos reforçados com fibras naturais. Para tal foram produzidos compósitos híbridos com 2 e 3 camadas.

Na figura 39 está representado um corpo de prova após o *short beam* teste de flexão a 3 pontos.

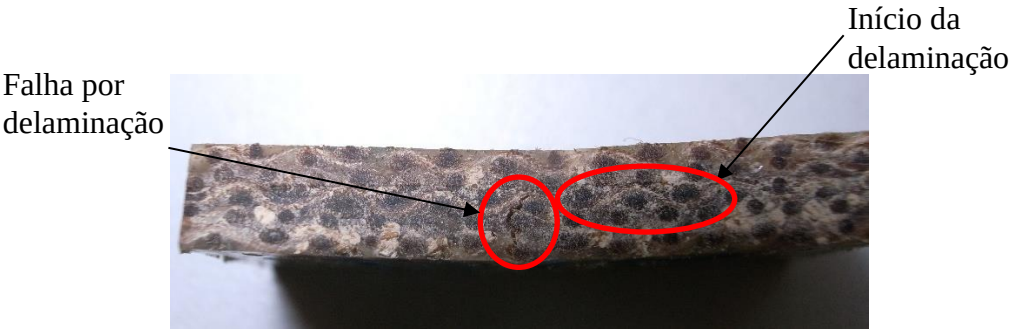


Figura 39: Corpo de prova após ensaio.

Na figura 40 e tabela 13 estão apresentados os dados do teste de *short beam* para os compósitos híbridos (juta + rami, juta + curauá, juta + sisal e juta + fibra de vidro) de 2 camadas.

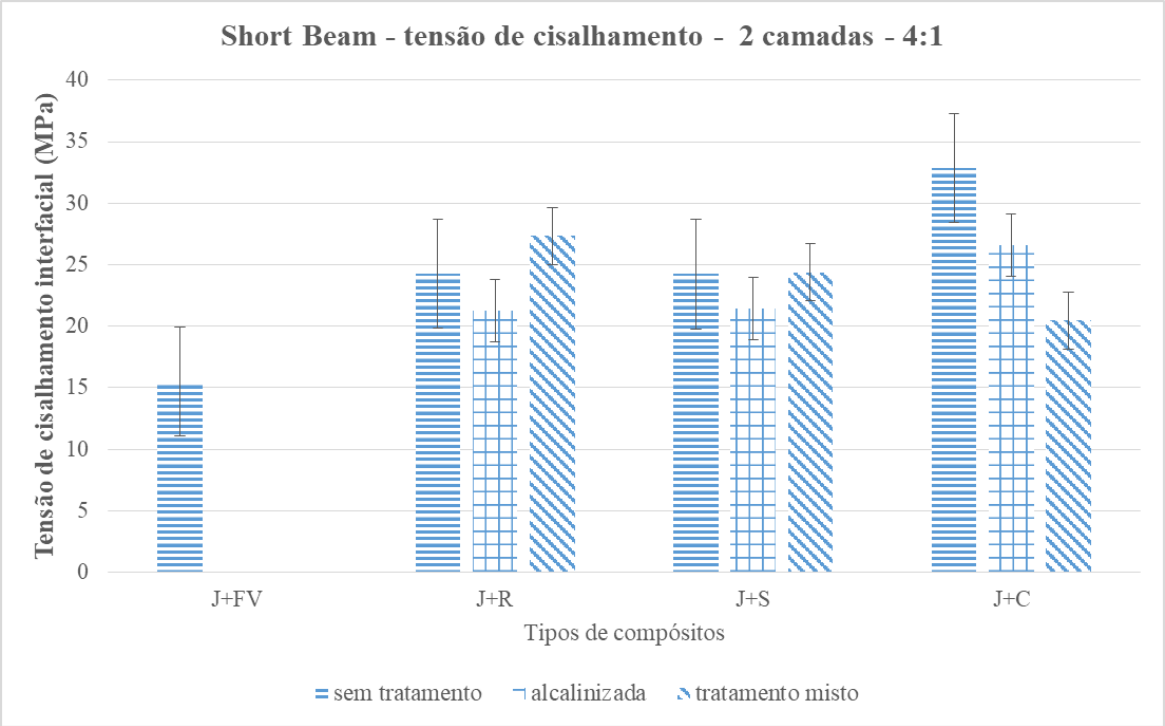


Figura 40: Resultados *short beam test* – compósitos híbridos de 2 camadas.

Tabela 13: Resultados detalhados - *short beam test.*

2 camadas							
Tipo de compósitos		**ILSS (Tensão de cisalhamento - MPa)**		**Resistência a flexão (MPa)**		**Força (N)**	
J+FV	sem tratamento	15,55	± 4,42	124,40	± 35,43	414,67	± 118,07
J+R	sem tratamento	24,26	± 3,98	194,09	± 31,88	646,98	± 106,29
	alcalinizado	21,27	± 2,54	170,16	± 20,35	567,22	± 67,84
	tratamento misto	27,34	± 5,24	218,71	± 41,96	729,04	± 41,96
J+S	sem tratamento	24,24	± 5,67	193,89	± 45,34	646,29	± 128,6
	alcalinizado	21,44	± 2,44	171,55	± 19,51	571,85	± 65,04
	tratamento misto	24,39	± 6,41	195,11	± 41,74	650,36	± 139,14
J+C	sem tratamento	32,83	± 4,28	262,65	± 34,26	875,50	± 114,21
	alcalinizado	26,62	± 1,66	212,97	± 13,33	709,89	± 44,44
	tratamento misto	20,46	± 2,31	163,70	± 24,11	545,68	± 80,38

Conforme dados da figura 40 e tabela 13, é possível verificar que o comportamento dos compósitos híbridos em relação a adesão interlaminar é diferente daquele verificado no *fragmentation test*, no qual foi verificada a tensão de cisalhamento interfacial de apenas um tipo de fibra e a matriz. Observa-se que todos os compósitos híbridos 100% de fibras naturais apresentaram valores maiores para a resistência a flexão e para a tensão máxima de cisalhamento interlaminar quando comparados ao híbrido de juta + fibra de vidro.

Também foi possível observar que os tratamentos superficiais tiveram um impacto negativo na adesão interlaminar do compósito híbrido de juta + curauá e, por consequência, na sua resistência a flexão.

Já os compósitos híbridos de juta + rami e juta + sisal apresentaram um aumento de 12% e 1%, respectivamente, na tensão máxima de cisalhamento interlaminar.

Na figura 41 e tabela 14, são apresentados os dados obtidos para os compósitos híbridos de 3 camadas.

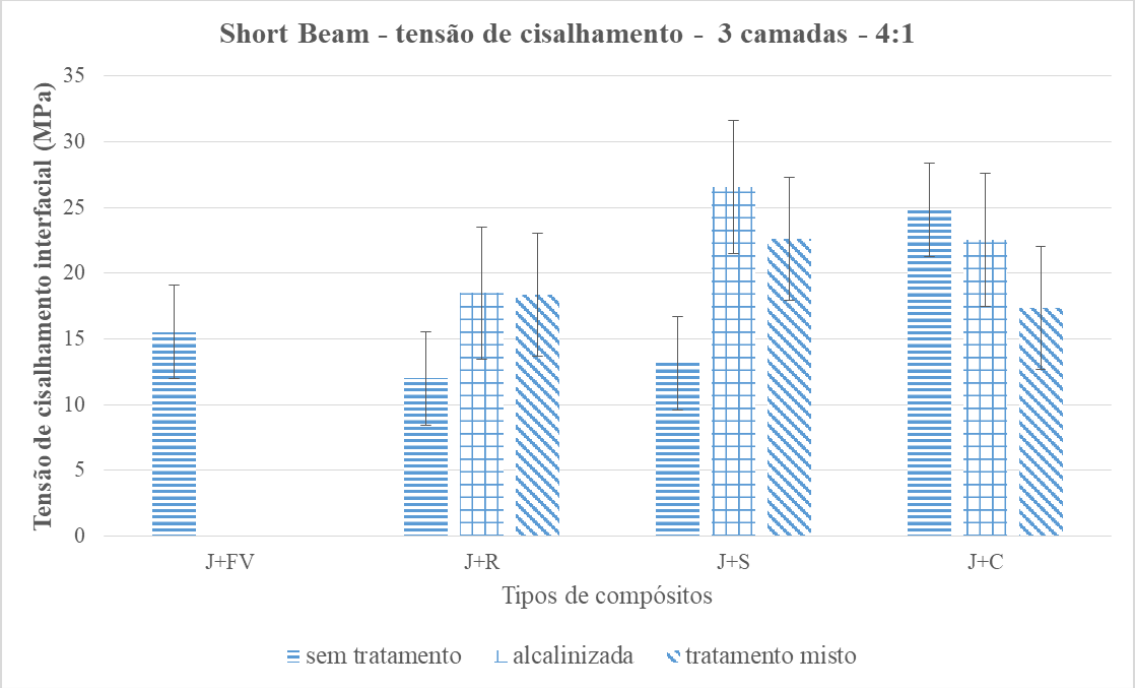


Figura 41: Resultados *short beam test* - compósitos híbridos 3 camadas.

Tabela 14: Resultados detalhados - *short beam test.*

		3 camadas					
Tipo de compósitos		**ILSS (Tensão de cisalhamento - MPa)**		**Resistência a flexão (MPa)**		**Força (N)**	
J+FV	sem tratamento	15,55	± 1,98	94,06	± 26,38	838,19	± 99,05
J+R	sem tratamento	12,01	± 5,46	82,34	± 47,41	416,38	± 189,92
	alcalinizado	18,50	± 9,48	71,13	± 17,71	641,22	± 326,14
	tratamento misto	18,38	± 4,67	104,44	± 19,31	637,09	± 161,86
J+S	sem tratamento	13,15	± 4,36	172,98	± 23,92	728,84	± 91,30
	alcalinizado	26,56	± 5,04	131,58	± 6,13	981,99	± 162,67
	tratamento misto	22,60	± 2,01	123,66	± 6,83	783,48	± 18,22
J+C	sem tratamento	24,80	± 3,55	131,08	± 22,96	859,86	± 122,01
	alcalinizado	22,54	± 1,66	128,66	± 17,71	827,75	± 85,92
	tratamento misto	17,37	± 8,66	71,13	± 22,73	602,30	± 311,11

Diferentemente dos resultados dos compósitos híbridos de 2 camadas, com o aumento da quantidade de camadas no laminado foi possível observar uma melhora da adesão interlaminar após os tratamentos químicos superficiais. A partir da figura 40 e da tabela 14, nota-se que o compósito hibrido de juta + curauá continua apresentando melhor resultado para a condição sem tratamento. Tal comportamento também foi relato por da Silva *et al.* 2013.

O compósito híbrido de juta + rami apresentou valores referentes a tensão de cisalhamento interlaminar bastante similares para as condições alcalinizada e alcalinizada + silanizada. Porém, na condição de tratamento misto, o compósito híbrido apresentou melhores valores referentes a resistência a flexão. Já o compósito de juta + sisal alcalinizado apresentou maior resistência a delaminação, $\tau = 26{,}56$ MPa.

Na figura 42 está representado um gráfico com as curvas típicas de força x deslocamento obtidas para cada tipo de compósito híbrido estudado.

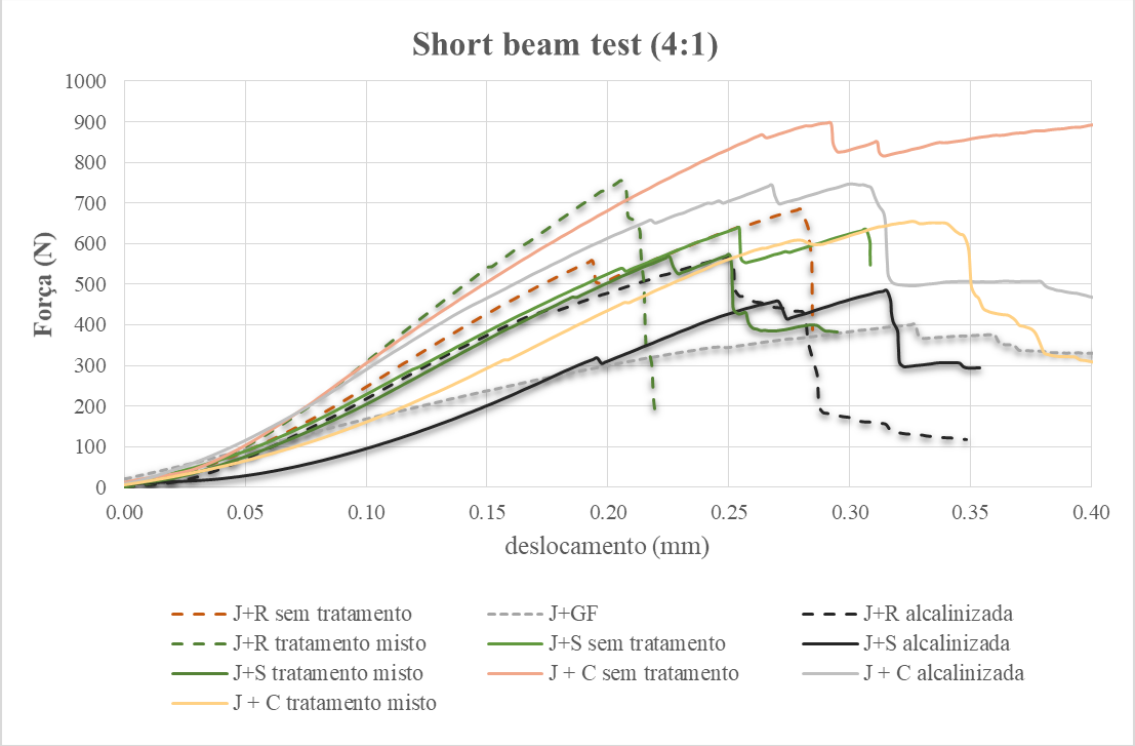


Figura 42: Curvas típicas de força x deslocamento para compósitos híbridos.

O gráfico da figura 42 mostra um comportamento similar para as curvas típicas de força x deslocamento dos compósitos híbridos estudados. Em particular, os

compósitos híbridos de juta + rami apresentaram picos mais acentuados. Como ressaltado por Silva *et al.* 2013, as curvas de juta + rami, devido a presença do pico, apresentam menores valores para a tensão máxima de cisalhamento interlaminar, enquanto que as demais fibras com picos mais suaves e regiões de platô apresentam melhor resistência a delaminação.

4.7. Considerações Gerais

Este trabalho apresenta resultados da análise da adesão interfacial/interlaminar em compósitos híbridos reforçados com fibras naturais e de resistência mecânica das fibras naturais bastante concordante com os valores apresentados por Silva *et al.* 2013, Fidelis, 2013, Zhandarov *et al*., 2014 e Bensadoun *et al.*, 2017, de tal forma que foi possível validar os dados obtidos.

Os tratamentos químicos superficiais apresentaram relevante influência tanto nas propriedades mecânicas de cada tipo de fibra quanto na adesão interfacial/ interlaminar dos compósitos híbridos fabricados.

Dentre os testes para a determinação da tensão máxima de cisalhamento interfacial, o *short beam* teste de flexão a 3 pontos apresentou maior acuracidade na análise da influência dos tratamentos superficiais na adesão interfacial dos compósitos híbridos. Isso se deve ao fato do *fragmentation test* apenas ter sido capaz de analisar a interação de um único tipo de fibra na matriz, enquanto que no *short beam test* o compósito híbrido é testado em sua configuração final, ou seja, levando em consideração o tipo de trama do tecido e a ação dos dois tipos diferentes de fibra.

Capítulo 5

Conclusões

O presente trabalho teve como propósito a análise da influência dos tratamentos químicos superficiais (alcalinização e alcalinização + silanização) nas propriedades mecânicas das fibras naturais de juta, rami, curauá e sisal. Além do estudo da adesão interfacial/interlaminar de compósitos híbridos intralaminares reforçados com fibras naturais.

A partir das imagens de MEV ficou clara a influência dos tratamentos superficiais na morfologia das fibras. Em particular, as fibras de juta e curauá apresentaram a presença de vazios e fendas ao longo da fibra representando uma possível degradação após os tratamentos. A fibra de sisal é a que melhor correspondeu aos tratamentos de alcalinização e silanização, resultando em uma fibra uniforme e sem defeitos aparentes. Também foi possível observar uma alteração nos diâmetros das fibras após os tratamentos.

Em relação ao teste de tração de uma única fibra, conclui-se que todas as fibras tiveram melhoras significativas em suas tensões máximas de ruptura após ambos tratamentos superficiais. De um modo geral, o tratamento alcalino é o mais indicado para as fibras de juta, rami e curauá. Enquanto que a fibra de sisal apresentou seu melhor resultado após a silanização.

Para a determinação da influência dos tratamentos químicos superficiais na adesão interfacial/interlaminar dos compósitos híbridos foram realizados os testes de *pull out*, *fragmentation* e *short beam* de flexão a 3 pontos. O short beam demonstrou ser o tipo de teste mais recomendado para esta análise em compósitos híbridos, pois considera a influência do empilhamento de camadas, tipos de fibras e trama utilizada. Desta forma, as melhores condições para cada tipo de compósito híbrido em termos de resistência a delaminação são: juta + rami – tratamento misto (18,38 ± 4,67 MPa), juta + sisal – alcalinizada (26,56 ± 5,04 MPa), juta + curauá (24,84 ± 3,55 MPa) e juta + fibra de vidro – sem tratamento (15,55 ± 1,98 MPa).

5.1. Sugestões para trabalhos futuros

Como sugestões para trabalhos futuros coloca-se a necessidade a realização de uma análise estatística dos dados a fim de melhorar a representatividade dos mesmos. Também se considera importante a realização de mais ensaios de short beam com os compósitos híbridos de diferentes camadas, a fim de verificar se os resultados obtidos permanecem.

Estudo do envelhecimento dos compósitos produzidos através da verificação dos efeitos da radiação UV e umidade, por exemplo.

Análise da superfície de fratura das fibras e dos compósitos híbridos intralaminares após a execução dos testes.

Utilização de microscopia de força atômica para melhor verificar os efeitos dos tratamentos químico superficiais na morfologia das fibras.

Outra sugestão seria a otimização dos tratamentos químicos superficiais utilizados através de alterações no tempo de imersão nas soluções alcalinas e de silanização, ou mesmo alterando as concentrações utilizadas.

Referências

AGENDA 2030. (2012).

ALBINANTE, S. R., PACHECO, É. B. A. V., & VISCONTE, L. L. Y. (2013). A review on chemical treatment of natural fiber for mixing with polyolefins. **Quim. Nova**, 36.

AL-MOSAWI ALI I., "Mechanical Properties of Plants - Synthetic Hybrid Fibers Composites", **Res. J. Engineering Sci**. 1, 22-25, 2012.

ASTM. C1557. Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of Fibers.

ASTM. D790. Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.

ASTM. D2344 (2000). Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates.

BAGHAEI B, SKRIFVARS M, SALEHI M, BASHIR T, RISSANEN M, NOUSIAINEN P. (2014). Novel aligned hemp fibre reinforcement for structural biocomposites: porosity, water absorption, mechanical performances and viscoelastic behaviour. **Composites Part A**;61:1–12

BENSADOUN, F., VERPOEST, I., BAETS, J., MUSSIG, J. GRAUPNER, N., DAVIES, N., GOMINA, M., KERVOELEN, A. BALEY, C. (2017). Impregnated fibre bundle test for natural fibres used in composites. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**.

BIOFIBER REINFORCEMENTS IN COMPOSITE MATERIALS. (2015). (M. S. Omar Faruk Ed.).

BOUGUESSIR, H., HARKATI, E., MANSOUR, R. (2016). Hybrid jute/glass reinforced laminate mechanical properties, **Journal of civil & environmental engineering**.

BS 2782-0 : 2011. Methods of testing plastic.

COSTA, D. S. D. (2012). Caracterização de materiais compósitos de matriz poliéster e fibras de bambu, sisal e vidro e híbridos bambu/sisal, bambu/vidro e sisal/vidro. (master), **Universidade Federal do Pará.**

CUCCO, SALA, G., & BETTINI, P. (2008). Attuatori sma per laminati intelligenti: problematiche tecnologiche e funzionali. **Politecnico di Milano**.

DEVIREDDY, S. B. R., BISWAS, S., (2015). Physical and Mechanical Behavior of Unidirectional Banana/Jute Fiber Reinforced Epoxy Based Hybrid Composites, **Polymer composites**.

DIXIT, K. R. S. (2016). A Review - Future Aspect of Natural Fiber Reinforced Composite. **Polymers from Renewable Resources,** 7.

FIBRAS NATURAIS NA INDÚSTRIA AUTOMOBILÍSTICA. (2011).

FIDELIS, M. E. A. T. V. C. P., OTÁVIO DA FONSECA MARTINS GOMES, FLÁVIO DE ANDRADE SILVA, ROMILDO DIAS TOLEDO FILHO. (2013). The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers. **The**

Journal of Materials Research and Technology.

FRAGASSA, C., (2016). Effect of natural fibers and bio-resins on mechanical properties in hybrid and non-hybrid composites, **American Institute of Physics**.

GURUNATHAN, T., SANJAY S. M., NAYAK, K. (2015). A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. **Composites: Part A**, 77, 1-25.

HOLBERY J, HOUSTON D. (2006). Natural-fiber-reinforced polymer composites in automotive applications. **JOM**;58(11):80–6.

INDUSTRIAL APPLICATIONS OF NATURAL FIBRES. (2010). Wiley Series in **Renewable Resources**.

KABIR, M. M.; WANG, H.; LAU, K. T.; CARDONA, F. (2012). Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview. **Composites: Part B,** 43, 2883-2892.

KALITA, B. B., GOGOI, N., & KALITA, S. (2013). Properties of ramie and its blends. **International Journal of Engineering Research and General Science**, 1.

LI, Z. J. C., JIAJIA ZHOU, LI ZHENG , KEN C. PRADEL , XING FAN, HENGYU GUO, ZHEN WEN, MIN-HSIN YEH, CHONGWEN YU, ZHONG LIN WANG. (2016). High-efficiency Ramie Fiber Degumming and Self-powered Degumming Wastewater Treatment Using Triboelectricity. **Nano Energy**, 22.

LIMA, R. A. A. (2016). Monitoramento estrutural de pás de rotores de helicópteros através da utilização de materiais inteligentes. **CEFET/RJ**.

LIMA, R. A. A.; CAVALCANTI, D. K. K.; NETO, J. S. S. (2018); BANEA, M. D. Characterization of natural fibre reinforced hybrid composites. **Anais do X Congresso Nacional de Engenharia Mecânica**. v. 12.

MISHRA, S., MOHANTY, A.K. , DRZAL, L.T., MISRA, M., PARIJA, S., NAYAK, S.K., TRIPATHY, S.S. (2003). Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. Composites Science and Technology, 63.

MITTAL, V., SAINI, R., & SINHA, S. (2016). Natural fiber-mediated epoxy composites - A review. **Composites Part B**, 99.

NASTUZZO, P., BETTINI, P., DISCEPOLI, C., & SALA, G. (2007). Inglobamento di Sensori a Fibra Ottica per il Monitoraggio Strutturale di Pale di Elicottero: Aspetti Tecnologici e Caratterizzazione Sperimentale. **Politecnico di Milano**.

NUNNA, S., CHANDRA, P. R., SHRIVASTAVA, S., & JALAN, A. (2012). A review on mechanical behavior of natural fiber based hybrid composites. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, 31.

ORNAGHI JR., H. L., DA SILVA, H. S. P., ZATTERA, A. J., AMICO, S. C., (2011) Hybridization effect on the mechanical and dynamic mechanical properties of curauá composites. **Materials science and engineering A**.

PICKERING, K.L., EFENDY, M. G. A., LE, T. M. (2016). A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance.

Composites: Part A, 83, 98–112.

RAMESH, M., PALANIKUMAR, K., REDDY, K. H., (2013) Comparative evaluation on properties of hybrid glass fibre – sisal/jute reinforced epoxy composites, **Procedia Eng.** 51,745-750.

SATYANARAYANA, K.G., GUIMARÃES, J.L., WYPYCH F. (2007). Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications **Composites: Part A**, 38, 1694-1709.

SHAHZAD. (2011). Impact and fatigue properties of hemp-glass fiber hybrid bio-composites. **J Reinf Plast Compos,** 1389–1398.

SILVA, ALMEIDA, J. H. S., ANGRIZANI, C. C., & AMICO, S. C. (2013). Short beam strength of curaua, sisal, glass and hybrid composites. **Journal of Reinforced Plastics and Composites.**

SRINIVAS, K., NAIDU, A. L., & BAHUBALENDRUNI, M. V. A. R. (2017). A review on chemical and mechanical properties of natural fiber reinforced polymer composites. **International Journal of Performability Engineering**, 13.

SUDHIR, A., MADHUKIRAN, J., RAO, S.S., MADHUSUDAN, S., (2014). Tensile and flexural properties of sisal/jute hybrid natural fiber composites, **Int. J. Mod. Eng. Res.** 4, 29-35.

TRAGOONWICHIAN, S., YANUMET, N., ISHIDA, H. (2007). A study on sisal fiber-reinforced benzoxazine/epoxy copolymer based on diamine-based benzoxazine. **Composite Interfaces**, Vol. 15.

VALENZA, A., FIORE, V., SCALICI, T., NICOLETTI, F., VITALE, G., PRESTIPINO, F. (2016). A new eco-friendly chemical treatment of natural fibres: Effect of sodium bicarbonate on properties of sisal fibre and its epoxy composites. **Composites Part B,** 85, 150-160.

YUSOFF, R. B., TAKAGI, N., NAKAGAITO, A. N. (2016). Tensile and flexural properties of polyactic acid-based hybrid green composites reinforced by kenaf, bamboo and coir fibers. **Industrial Crops and Products**, vol. 94, pp. 562-573.

YU, LONGANA, M. L., WISNOM, M. R., & POTTER, K. D. (2015). Pseudo-ductility in intermingled carbon/glass hybrid composites with highly aligned discontinuous fibres. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, 73.

ZHANDAROVA, S., MÄDERA, E. (2014). An alternative method of determining the local interfacial shear strength from force–displacement curves in the pull-out and microbond tests. International Journal of Adhesion & Adhesives, 55.

ZHANG, Y., LI, Y., MA, H., YU, T., (2013) Tensile and interfacial properties of unidirectional flax/glass fiber reinforced hybrid composites, **Composite science technol.** 88, 172-177.