

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

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES  
MECÂNICAS E TÉRMICAS DE FIBRAS  
NATURAIS MODIFICADAS COM  
NANOTUBOS DE CARBONO**

Isabela de Sá Galhano dos Santos

Thyago Leite da Silva

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Mariana Doina Banea.

Coorientador: Prof. Me. Jorge de Souza e Silva Neto.

**Rio de Janeiro - RJ**

**Março de 2022**

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

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
TÉRMICAS DE FIBRAS NATURAIS MODIFICADAS  
COM NANOTUBOS DE CARBONO**

Isabela de Sá Galhano dos Santos  
Thyago Leite da Silva

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca - CEFET/RJ, como parte dos requisitos para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Mariana Doina Banea.  
Coorientador: Prof. Me. Jorge de Souza e Silva Neto.

**Rio de Janeiro – RJ**

**Março de 2022**

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

S237 Santos, Isabela de Sá Galhano dos  
Análise das propriedades mecânicas e térmicas de fibras naturais modificadas com nanotubos de carbono / Isabela de Sá Galhano dos Santos [e] Thyago Leite da Silva. — 2022.  
58f. : il.(algumas color). ; enc.

Projeto Final (Graduação) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2022.  
Bibliografia : f. 53-58  
Orientadora: Mariana Doina Banea  
Coorientador: Jorge de Souza e Silva Neto

1. Engenharia mecânica. 2. Materiais compostos. 3. Fibras naturais. 4. Análise térmica. 5. Tubos de aço. 6. Tecnologia de materiais. I. Silva, Thyago Leite da. II. Banea, Mariana Doina. (Orient.). III. Silva Neto, Jorge de Souza e (Coorient.). IV. Título.

CDD 621

*"Viva de modo que quando os  
seus filhos pensarem em justiça e  
integridade, eles pensem em você."*

*H. Jackson Brown Jr.*

*"Se eu vi mais longe,  
foi por estar sobre ombros de  
gigantes."*

*Isaac Newton*

## **DEDICATÓRIAS**

Nós, Thyago Leite da Silva e Isabela de Sá Galhano dos Santos, dedicamos este trabalho a Deus por ter nos agraciado com a oportunidade de viver o sonho de nos formar como engenheiros, e por ter nos dado força e determinação durante todas as adversidades. Aos nossos pais e irmãos, por todo amor, carinho e apoio durante toda nossa história de vida.

Eu, Thyago Leite da Silva, dedico este trabalho, em especial, aos meus pais Ana Cristina e Edvaldo Timoteo, e a minha irmã Thayene Leite por toda paciência e apoio durante essa minha árdua jornada. Dedico também a Isabela de Sá pela sua amizade, companheirismo e lealdade.

Eu, Isabela de Sá Galhano dos Santos, dedico este trabalho em especial a meus pais Tâmi Soares de Sá e Eudes Galhano dos Santos; a minha irmã Juliana Soares de Sá e a minha avó Vera Lucia Galhano dos Santos por todo suporte incondicional e sacrifícios feitos para que esse dia chegasse. Dedico também ao Thyago, que esteve ao meu lado em tantos momentos, e não seria diferente nesse último trabalho.

## **AGRADECIMENTOS**

Ao CEFET/RJ, por todo o conhecimento transmitido, e pelas oportunidades de crescimento ao longo dos anos de formação. Agradecemos à professora Dra. Mariana Doina Banea por ter sido um verdadeiro farol durante a nossa navegação nas águas turvas do tema deste projeto. Gratos por todo o conhecimento, prontidão, amizade e dedicação demonstrados durante a elaboração deste projeto. Eu, Thyago Leite da Silva, quero agradecer a mim mesmo por acreditar; por todo o trabalho árduo; por não ter dias de folga; por nunca desistir; por ser sempre uma pessoa que dá, e sempre tenta dar mais do que recebe. Eu quero agradecer a mim por tentar fazer mais coisas certas do que erradas, por apenas ser eu, sempre. Agradeço, também, às demais pessoas que foram muito importantes na minha vida, e contribuíram sempre de alguma forma, inclusive, apoiando nos momentos mais difíceis. Luana Almeida, Andrey Medeiros, Raphael Basilio e Thiago Varandas, muito obrigado por tudo.

Eu, Isabela de Sá Galhano dos Santos, quero agradecer à minha família que sempre esteve ao meu lado desde o primeiro dia dessa empreitada. Aos meu pais, por abraçarem a engenharia junto comigo; ao meu pai Eudes por me ajudar a resinar e soldar trabalhos; à minha mãe Tâmi por revisar minhas contas; à minha irmã Juliana Soares por me abraçar quando bateu o desespero; à minha avó Vera por cada café feito na madrugada. Às minhas amigas Vitória Bastos, Marianna Prates e Maria Eduarda Alves que estão comigo desde os 10 anos de idade, acompanhando meu crescimento pessoal e profissional de perto, participando ativamente de todos os momentos importantes dos quais passei dentro e fora do CEFET. Ao Fernando Duarte pelas várias vezes que estudamos juntos, por ter me dado força e me incentivado em todos os momentos.

## RESUMO

Nos últimos anos, a indústria tem aumentado o interesse e o investimento em processos sustentáveis que não agredem o meio ambiente, visando reduzir, ou substituir, as fibras sintéticas por Compósitos Reforçados com Fibras Naturais (NFRC). Isso se deve ao fato de que, além de ser um material renovável, a fibra vegetal também tem a facilidade da sua produção em escala. Nesse sentido, este projeto visou analisar as propriedades mecânicas e térmicas de fibras vegetais de juta e curauá, modificadas por nanotubos de carbono (NTC) de múltiplas paredes; caracterizar as fibras naturais e realizar testes térmicos nessas por Análise Termogravimétrica (TG); teste de fibra única para o Ensaio de Tração, e verificar a morfologia das fibras por meio do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Ao concluir, verificou-se que os resultados das micrografias do MEV mostraram que a inclusão de nanotubos de carbono altera a morfologia das fibras naturais, e esta alteração afeta a estabilidade térmica, aumentando suas propriedades e as propriedades mecânicas, observadas no TGA e nos testes de tração, respectivamente.

**Palavras-chave:** Compósitos; Fibras Vegetais; Análise Térmica; Ensaio de Tração; Juta; Curauá; Nanotubos de carbono.

## **ABSTRACT**

In recent years, industry has increased interest and investment in sustainable processes that do not harm the environment in order to reduce or replace synthetic fibers with Natural Fiber Reinforced Composites (NFRC). This is due to the fact that, in addition to being a renewable material, plant fiber also has the ease of its production at scale. In this sense, this project aimed to analyze the mechanical and thermal properties of jute and curauá plant fibers, modified by multi-walled carbon nanotubes (NTC); characterize the natural fibers and perform thermal tests in these by Thermogravimetric Analysis (TG); single fiber test for the Tensile Test and verify the morphology of the fibers by means of the Scanning Electron Microscope (SEM). In conclusion, it was found that the results of the SEM micrographs showed that the inclusion of carbon nanotubes alters the morphology of natural fibers and this change affects thermal stability, increasing its properties and mechanical properties observed in TGA and tensile tests, respectively.

**keywords:** Vegetal Fibers; Thermal Analysis; Tensile Test; Jute; Cuaraua; Composites; NWCNT



# SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	10
1.1 MOTIVAÇÃO .....	11
1.2 OBJETIVO.....	12
1.3 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO.....	12
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	13
2.1 COMPÓSITOS .....	13
2.1.1 Matrizes .....	14
2.1.2 Reforço .....	15
2.2 FIBRAS .....	15
2.2.1 Fibras Sintéticas.....	18
2.2.2 Fibras Naturais.....	20
2.2.3 Fibra de Curauá.....	24
2.3 NANOTUBOS DE CARBONO (NTC) .....	26
2.3.1 Dispersão de CNT.....	29
2.4 ANÁLISE TÉRMICA.....	31
2.4.1 Análise Termogravimétrica .....	32
2.4.2 Termogravimetria Derivada (DTG).....	33
3 METODOLOGIA .....	34
3.1 SELEÇÃO DO MATERIAL.....	34
3.1.1 Sonicador .....	35
3.1.2 Estufa .....	36
3.1.3 Procedimentos.....	36

3.2 TESTES E ANÁLISES .....	38
3.2.1 Tração .....	38
3.2.2 Análise termogravimétrica.....	40
3.2.3 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) .....	40
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>42</b>
4.1 TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) .....	42
4.2 ÍNDICE DE OXIGÊNIO LIMITANTE (LOI) .....	45
4.3 ENSAIO DE TRAÇÃO .....	47
4.4 AVALIAÇÃO DA MORFOLOGIA PELO MEV .....	49
<b>5 CONCLUSÕES .....</b>	<b>52</b>

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: CLASSIFICAÇÃO DOS COMPÓSITOS .....	13
FIGURA 2: POSSÍVEIS GEOMETRIAS: (A) FIBRA (B) PARTÍCULA .....	15
FIGURA 3: A) FIBRAS CONTÍNUAS UNIDIRECIONAIS B) FIBRAS CONTÍNUAS EM FORMA DE TECIDO C) FIBRAS DESCONTÍNUAS DISPERSAS ALEATORIAMENTE.....	16
FIGURA 4: CLASSIFICAÇÃO DAS FIBRAS DE REFORÇO .....	17
FIGURA 5: APLICAÇÃO DE FIBRAS SINTÉTICAS .....	19
FIGURA 6: FORMAS DE COMERCIALIZAÇÃO: A) CORDÃO; B) MOÍDA; C) MANTA; D) TAPES; E) TECIDO; F) VÉU DE SUPERFÍCIE .....	20
FIGURA 7: ESQUEMA REPRESENTATIVO DA MICROFIBRILA .....	21
FIGURA 8: PLANTA JUTA .....	22
FIGURA 9: A) PLANTA CURAUÁ B) FIBRA DE CURAUÁ .....	24
FIGURA 10: FORMAS ALOTRÓPICAS DO CARBONO: A) DIAMANTE B) GRAFITE C) FULERENOS C60 D) FULERENOS C70 E) NANOTUBOS DE CARBONO.....	26
FIGURA 11: (A) NTC DE PAREDES MÚLTIPLAS (MWCNT) (B) PAREDE ÚNICA (SWCNT) .....	27
FIGURA 12: TÉCNICAS DE DISPERSÃO DOS CNTs EM ÁGUA .....	30
FIGURA 13: CURVAS REFERENTES ÀS TÉCNICAS DE ANÁLISES TÉRMICAS EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA OU DO TEMPO.....	31
FIGURA 14: EXEMPLO DE CURVA DE DECOMPOSIÇÃO TÉRMICA.....	32
FIGURA 15: EXEMPLO DE CURVA DE DECOMPOSIÇÃO TÉRMICA.....	33
FIGURA 16: SONICADOR DO CEFET/RJ UNED. MARACANÃ.....	35
FIGURA 17: ESTUFA DO CEFET/RJ UNED. MARACANÃ .....	36
FIGURA 18: FIBRAS DE JUTAS TOPADAS DE NTC.....	37
FIGURA 19: FIBRAS DE CURAUÁ TOPADAS DE NTC.....	37
FIGURA 20: MÁQUINA DE ENSAIO DE TRAÇÃO CEFET/RJ UNED. MARACANÃ.....	38
FIGURA 21: DIAGRAMA DE PRODUÇÃO DE AMOSTRA DE TESTE DE TRAÇÃO DE FIBRA ÚNICA.....	39
FIGURA 22: CP PARA DE TESTE DE TRAÇÃO DE FIBRA ÚNICA .....	39
FIGURA 23: MÁQUINA PARA TGA .....	40
FIGURA 24: MÁQUINA PARA METALIZAÇÃO DAS FIBRAS EMITECH K5550X.....	41

FIGURA 25: MÁQUINA PARA METALIZAÇÃO DAS FIBRAS EMITECH K5550X.....	42
FIGURA 26: CURVA TGA PARA OS COMPÓSITOS PUROS E REFORÇADOS COM MWCNT .....	42
FIGURA 27: CURVA TGA PARA OS COMPÓSITOS PUROS E REFORÇADOS COM MWCNT .....	43
FIGURA 28: CURVA DTG PARA AS FIBRAS PUROS E REFORÇADAS COM MWCNT..	45
FIGURA 29: GRÁFICOS DA TENSÃO DE RUPTURA E MÓDULO DE YONG.....	47
FIGURA 30: MICROGRAFIA MEV DA JUTA.....	49
FIGURA 31: MICROGRAFIA MEV DE CURAUÁ .....	50
FIGURA 32: MICROGRAFIA MEV DA JUTA REFORÇADA COM NTC DE PAREDES MÚLTIPLAS .....	50
FIGURA 33: CURAUÁ REFORÇADA COM NTC DE PAREDES MÚLTIPLAS.....	51

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1: PROPRIEDADES DAS MATRIZES POLIMÉRICAS .....	14
TABELA 2: CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E MECÂNICAS DE ALGUMAS FIBRAS .....	18
TABELA 3: CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E MECÂNICAS DE ALGUMAS FIBRAS .....	22
TABELA 4: COMPARAÇÃO CNT E OUTROS MATERIAS CONVENCIONAIS .....	28
TABELA 5: DADOS DO FORNECEDOR.....	34
TABELA 6: COMPOSIÇÃO DO MATERIAL PARA AS ANÁLISES MECÂNICAS, TÉRMICA E MEV .....	37
TABELA 7: RESULTADOS DA PERDA MÁSSICA.....	44
TABELA 8: RESULTADOS DA MASSA RESIDUAL .....	45
TABELA 9: RESULTADOS .....	46
TABELA 10: RESULTADOS OBTIDOS.....	47

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

CP- Corpos prova

DMA - Análise Mecânica Dinâmica

DMTA - Análise Termodinâmico-Mecânico

DNFI - Discover Natural Fibers

DRX- Difractometria de raio-x

DSC - Calorimetria Exploratória Diferencial

DTG - Termogravimétrica Derivada

EGA - Detecção de Gás Desprendido

FTIR - Infravermelho por Transformada de Fourier

FRX - Fluorescência de raio-x

LADES - Laboratório de Compósitos e Adesivos

LOI - Índice de Oxigênio Limitante

MWCNT - Multi-walled Carbon Nanotubes

MEV - Microscópio de Varredura

NPCF - Nanopartículas de Carbonilo de Ferro

NTC - Natubo de carbono

PET - Polietileno Tereftalato

PHB - Polihidroxibutirato

PLA - Poliacido Láctico

TGA- Análise Termográfica

UFRA - Universidade Federal Rural da Amazônia

SWCNT - Walled Carbon Nanotubes

## 1. INTRODUÇÃO

Compósitos são opções de materiais que estão cada vez mais populares na atualidade em diversos setores, como, por exemplo, na indústria automotiva; na construção de interiores; nos materiais esportivos, etc. Dentre as vantagens em utilizá-los que podem ser exploradas estão: seus relativos baixo custo e peso; a alta adaptabilidade às necessidades do projeto, graças às possíveis combinações de reforço e matriz, de acordo com cada necessidade [1].

Um tipo de reforço que vem ganhando espaço nos tempos atuais são as fibras naturais, que são materiais renováveis, biodegradáveis, e que apresentam um custo menor quando comparado com as fibras sintéticas. No Brasil, um país com uma grande biodiversidade ao longo do seu território, existe, por exemplo, as fibras de curauá e sisal, características dos estados do Pará e da Bahia, respectivamente. E a exploração desses recursos traz como consequência positiva o desenvolvimento dessas regiões, que gera empregos tanto nas lavouras, quanto nas indústrias [2].

Apesar disso, algumas desvantagens precisam ser consideradas, como as variações nas propriedades mecânicas, devido às alterações no clima e no solo; a capacidade de absorção de água, que faz com que a aderência nas matrizes seja menor do que as fibras sintéticas [3].

Ademais, além das fibras, outro tipo de reforço também pode ser utilizado: os particulados, que melhoram as características mecânicas, elétricas e térmicas da matriz. E esses são definidos de acordo com seu tamanho em duas escalas principais: nano, quando a dimensão é inferior a 100 nanômetros, e micro, quando a estrutura está entre 1 e 1000  $\mu\text{m}$ , e a razão de área de superfície para volume deste tipo de reforço é menor que os nanopartículas [4].

## 1.1 Motivação

Dentre os novos desafios encontrados no século XXI está: achar soluções eficazes e viáveis para materiais biodegradáveis, renováveis, com abundância na natureza e de baixo custo. Assim, os compósitos reforçados com fibras naturais preenchem esses requisitos e, por isso, vêm sendo cada vez mais estudados e aplicados na indústria, como, por exemplo, a automobilística, a têxtil, a naval e a aeroespacial. Ademais, a exploração das fibras é de suma importância para o Brasil, na região Amazônica e para o mundo.

Nesse sentido, a Iniciativa *Discover Natural Fibers* (DNFI) estima o envolvimento de pelo menos 60 milhões de famílias com a produção de fibras naturais em todo o mundo, mostrando a importância desse setor para o desenvolvimento social [5]. Os resultados promissores serviram de incentivo para que cada vez mais materiais fossem desenvolvidos, incluindo este trabalho, em que será analisado o comportamento das fibras naturais dopadas com nanotubos de carbono. E será investigada a resistência mecânica e térmica, além da interação da fibra com adição dos nanotubos.



## **1.2 Objetivo**

O objetivo deste trabalho é avaliar como a adição de nanotubos de carbono altera as propriedades mecânicas e térmicas das fibras naturais de juta e curauá. Para isso, foram realizados testes de análise termogravimétrica (TGA), teste de tração e imagens no microscópio de varredura (MEV) para analisar a dispersão dos nanotubos.

## **1.3 Organização do Trabalho**

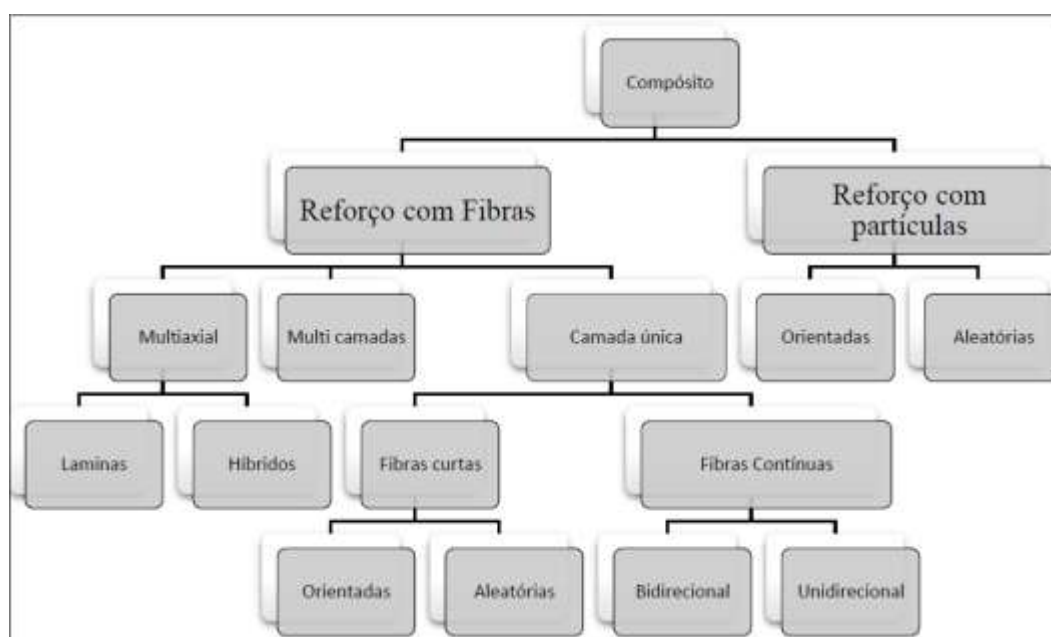
No primeiro capítulo, fez-se uma breve apresentação dos compósitos reforçados com fibras naturais. No segundo, tem-se a revisão bibliográfica, que embasa e válida, teoricamente, toda a pesquisa e os testes realizados. No terceiro, mostraram-se os materiais e métodos usados na pesquisa. No quarto, há a discussão dos resultados obtidos. E no quinto capítulo, conclui-se a dissertação.

## 2 Revisão Bibliográfica

### 2.1 Compósitos

Como o termo indica, o material compósito revela um material diferente dos heterogêneos comuns. Atualmente, compósitos se referem a materiais que possuem fibras fortes, sendo elas contínuas ou não contínuas [6].

Os primeiros compósitos a serem usados pela sociedade rudimentar foram a madeira e as espigas, usadas, principalmente, para fazer armas para facilitar a caça [7]. Pode-se classificar os compósitos de diversas maneiras, de acordo com os tipos e arranjos dos reforços existentes, como mostrado na Fig. 1 abaixo:



**Figura 1:** Classificação dos Compósitos

Fonte: [2]

A ligação entre a matriz e as fibras é feita no processo de fabricação do material, e se dá por meio das ligações químicas, como as forças de *Van der Walls*, interações eletrostáticas, ligação covalente e de hidrogênio [6]. Hoje, pode-se alterar quimicamente a superfície das fibras, a fim de que aumente a compatibilidade entre os elementos da ligação [2]. A escolha dos componentes

dos compósitos se dá de acordo com o objetivo desejado. Por exemplo, a direção das fibras e a adesão interfacial entre fibra-matriz influenciam nas propriedades mecânicas dos compósitos. Logo, deve-se considerar esses fatores para selecionar o material a ser confeccionado.

### 2.1.1 Matrizes

A matriz é a fase contínua do compósito, e sua principal função é envolver e distribuir a fase dispersa; transmitir carga às fibras; garantir a adesão do reforço; distribuir os esforços mecânicos, além de garantir a continuidade das propriedades térmicas, elétricas e químicas do reforço [8].

As matrizes são classificadas em: matrizes poliméricas; cerâmica e metálica, como, por exemplo, silicões, carboneto de silício e ligas de titânio, respectivamente [6]. As matrizes poliméricas são subdivididas em termoplásticas e termorrígidas. E o que as diferencia é que, enquanto as termoplásticas podem ser reaquecidas sem perder suas propriedades, obtendo novas formas geométricas; nas termorrígidas isso não ocorre, pois uma vez que está formada, não se pode reaquecê-la sem a perda das suas características primária [2, 9].

Nesse sentido, a Tabela 1 apresenta algumas propriedades dos polímeros termoplásticos e termorrígidos:

Termoplásticos	Termorrígidos
Recicláveis mecanicamente	Não recicláveis mecanicamente
Tempo ilimitado de armazenamento	Tempo limitado de armazenamento
Alta viscosidade quando fundido	Baixa Viscosidade durante o Processamento
Baixa resistência à Fluência	Alta resistência à fluência
Baixa estabilidade térmica e dimensional	Alta resistência térmica e dimensional

**Tabela 1:** Propriedades das matrizes poliméricas

Fonte:[2]

## 2.1.2 Reforço

O reforço é responsável por suportar os esforços aplicados ao material compósito. Existem dois tipos de reforços: as fibras e as partículas, mostrados na Fig. 2. O primeiro é constituído de fibras de variados comprimentos de diâmetros, podendo ser de carbono, de vidro, por exemplo, rodeados pelo aglomerantes. O segundo é um material no qual o reforço é uma partícula de um determinado material e será inserido da matriz. E essas as fases construtivas que garantem as principais propriedades físicas do produto final.



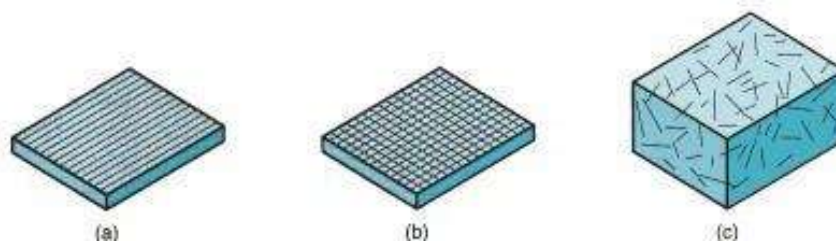
**Figura 2:** Possíveis geometrias: (a) Fibra (b) Partícula

Fonte: [9]

## 2.2 Fibras

As fibras são um aglomerado de filamentos, que podem ser curtas ou longas, como a fibra de vidro, aramida ou Kevlar, fibra de carbono, de boro, carboneto de silício, entre outras. E a escolha do tipo vai de acordo com cada projeto [6]. O diâmetro dos filamentos das fibras varia entre 0,0025 mm e 0,13 mm, dependendo do material. Os comprimentos das fibras descontínuas costumam ser inferiores a 6,4 mm; enquanto as fibras contínuas, que são longas, apresentam valores superiores [9] quando comparadas entre si, e sua quantitativa variam dependendo das fibras escolhidas.

Na Figura 3 há três tipos de casos de fibras contínuas e fibras descontínuas, sendo elas: contínuas unidirecionais; em forma de tecido e fibras descontínuas dispersas aleatoriamente.



**Figura 3:** a) fibras contínuas unidirecionais b) fibras contínuas em forma de tecido c) fibras descontínuas dispersas aleatoriamente

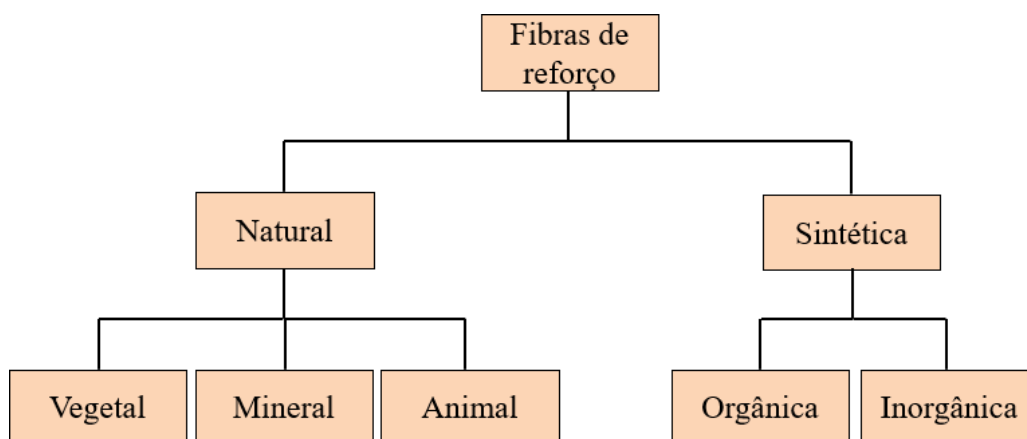
Fonte: [9]

As fibras longas proporcionam uma maior ligação com o material, fazendo com que a distribuição de uma força aplicada seja feita de maneira mais uniforme. Entretanto, na prática, é possível ver que há variações nas fibras que podem comprometer as propriedades. [2]

Um fator que é de suma importância quando se trata de compósitos é o alinhamento das fibras, visto que terá impacto direto nas suas propriedades físicas e térmicas. Reforços com fibras alinhadas em um único sentido são dependentes da direção e sentido dessas, visto que se o esforço solicitado for transversal a essa direção, não poderá tirar proveito máximo das suas propriedades. Sendo assim, quando as solicitações estão alinhadas, temos a melhor resistência e módulo de elasticidade. E os maiores valores de resistência e módulo de elasticidade são obtidos quando estão sujeitos a tensões uniaxiais [9].

Já os compósitos reforçados com fibras descontínuas de orientação aleatória têm propriedades diferentes, devido ao nível de anisotropia, e isso pode ser usado de modo favorável quando os esforços se apresentam com direções multidirecionais [9].

Existem dois tipos de fibras de reforço: as fibras sintéticas e as naturais, como são vistas na Fig. 4. As sintéticas são divididas em orgânicas, como aramida, poliéster, polietileno; e inorgânicas, como fibra de carbono e vidro. Já as fibras naturais são divididas de acordo com a origem, ou seja, vegetal, mineral e animal, como, por exemplo, o algodão, basalto e seda, respectivamente [10].



**Figura 4:** Classificação das Fibras de Reforço

Fonte: [10]

A escolha das fibras utilizadas depende das características desejadas ao compósito final. As fibras com elevado módulo de elasticidade conferem ao compósito elevada resistência à tração, rigidez e absorção de cargas dinâmicas; enquanto as fibras de baixo módulo de elasticidade e alongamento maior conseguem absorver grandes energias, resultando em compósitos com elevada resistência ao impacto e tenacidade, embora não haja grande influência na resistência [11]. A Tabela 2 mostra dados de referência de algumas fibras.

Fibra	Diâmetro ( $\mu\text{m}$ )	Densidade ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Módulo de elasticidade (GPa)	Resistência à tração (GPa)	Deformação na ruptura (%)
Aço	5 a 500	7,84	200	0,5 a 2,0	0,5 a 3,5
Vidro	9 a 15	2,60	70 a 80	2 a 4	2 a 3,5
Amianto	0,02 a 0,4	2,60	164	3,1	2 a 3
Polipropileno	20 a 200	0,9	5 a 77	0,5 a 0,75	8,0
Kevlar	10	1,45	65 a 133	3,6	2,1 a 4,0
Carbono	9	1,9	230	2,6	1,0
Naylon	-	1,1	4,0	0,9	13,0 a 15,0
Celulose	-	1,2	10	0,3 a 0,5	-
Acrílico	18	1,18	14 a 19,5	0,4 a 1,0	3,0
Polietileno	-	0,95	0,3	$0,7 \times 10^{-5}$	10,0
Fibra de madeira	-	1,50	71,0	0,9	-
Sisal	10 a 50	1,50	-	0,8	3,0

Matriz cimentícia (para comparação)	-	2,50	10 a 45	$3,7 \times 10^{-3}$	0,02
--	---	------	---------	----------------------	------

**Tabela 2:** Características Físicas e Mecânicas de Algumas Fibras

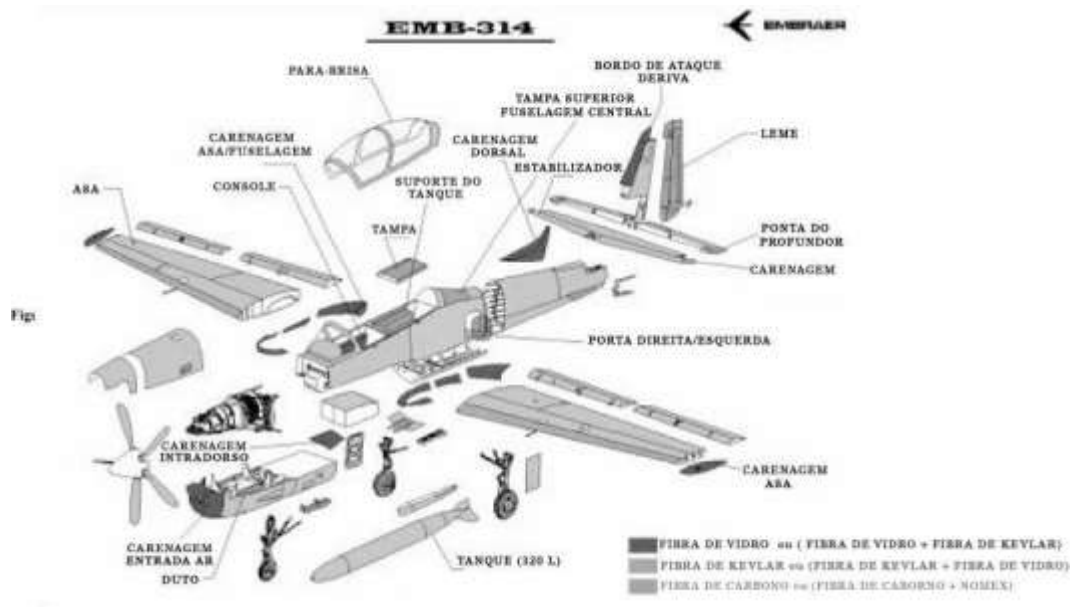
Fonte: [11]

### 2.2.1 Fibras Sintéticas

Fibras sintéticas são produzidas em laboratórios a partir de polímeros, normalmente derivados do petróleo ou gás natural. Alguns exemplos são muito conhecidos, como o PET, o nylon e os acrílicos. As fibras sintéticas mais conhecidas são a de vidro, de carbono e de aramida [12].

A fibra de vidro é o reforço mais usado em compósitos com matriz polimérica, e está disponível em várias formas: Vidro-E, Vidro-D, Vidro-A, Vidro- C e Vidro-S. Algumas de suas vantagens são: baixo custo; boa aderência fibra/matriz; alto alongamento à ruptura; alta relação resistência/densidade; estabilidade dimensional; boa resistência ao impacto; elevada resistência química à corrosão; facilidade de processamento e baixo custo. Entretanto, no seu processo de fabricação, há um gasto energético alto e é necessário um equipamento específico.

Além disso, ela é muito utilizada em artigos náuticos, como boias de sinalização; na aviação, nas hélices de helicópteros; e na indústria automotiva, nos discos de embreagem [6, 12]. A Fig. 5 mostra aplicações das fibras de vidro, Kevlar e carbono.

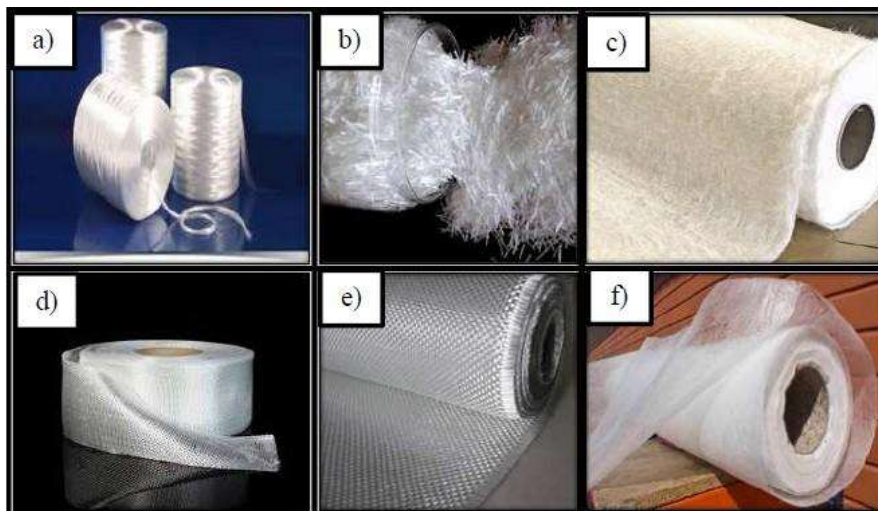


**Figura 5:** Aplicação de Fibras Sintéticas

Fonte: [13]

As fibras de carbono apresentam: alto módulo e força específica; baixo peso; boa flexibilidade; resistência à fadiga e ao calor; é praticamente inerte; isola radiações eletromagnéticas, e tem baixa expansão térmica e alta resistência mecânica. Comparativamente, é dez vezes mais forte e cinco vezes mais leve que o aço. É muito utilizada na fabricação de materiais esportivos; na construção civil; na indústria automotiva; na fuselagem de aviões; nas próteses; nos equipamentos radiológicos, entre outros [12, 14]. Ademais, é comercializada de diversas formas, como: cordão, moída, manta, tapes, tecido e véu de superfície, como mostrado na Fig. 6.





**Figura 6:** Formas de Comercialização: a) Cordão; b) Moída; c) Manta; d) Tapes; e) Tecido; f) Vêu de superfície

Fonte: [6]

As fibras de aramida, também conhecidas como Kevlar, são fibras orgânicas, fundidas por um polímero que muda as propriedades da fibra, através do uso de aditivos, variando as condições de centrifugação e usando tratamentos térmicos pós-inserção. Elas possuem resistência à tração; um módulo de elasticidade maior, e o alongamento da fibra é significativamente menor quando comparado com outras fibras orgânicas.

Além disso, elas são flexíveis, o que permite tramas menores e complexas; têm boa resistência ao impacto e à abrasão muito elevadas. E são, geralmente, utilizadas em blindagem, proteção militar e em componentes automotivos. Entretanto, tem alto custo de energia para produzir e, por isso, necessitam de uns equipamentos específicos, não sendo tão simples sua produção [6, 12].

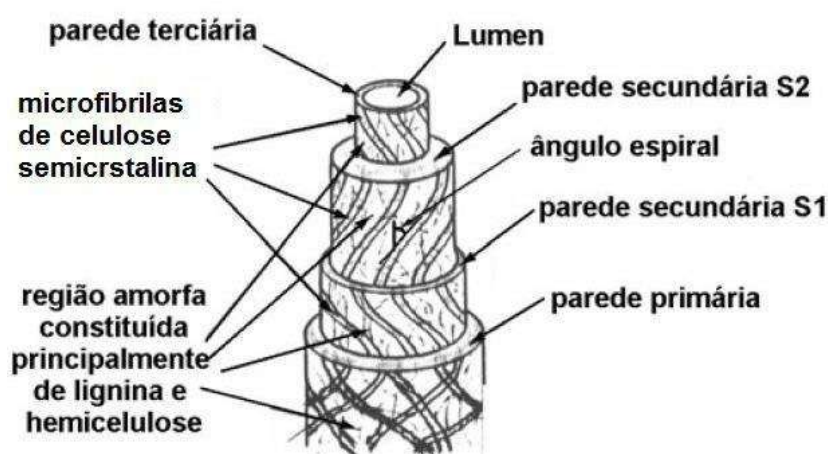
### 2.2.2 Fibras Naturais

As fibras naturais podem ser de origem animal, vegetal ou mineral. Entre elas, destacam-se a lã e a seda. Estruturas fibrosas com base em fibras naturais têm ganhado um espaço fundamental quando é necessário desempenhar funções

de separação, drenagem, filtração, proteção e reforço em solo. A utilização das fibras naturais torna as obras de engenharia mais sustentáveis, visto que são matérias-primas renováveis, biodegradáveis, de baixo consumo energético e não tóxicas [15].

As fibras naturais têm uma grande vantagem devido o seu baixo custo; alta disponibilidade; baixa densidade; alta resistência, e também por ser um recurso renovável, além da facilidade de ser trabalhada pelas ferramentas de processamento. Além disso, o baixo custo e a facilidade de encontrar a juta a elegem como um desses materiais promissores nesta nova indústria, que tende a ter destaque economicamente e ambientalmente [16].

As estruturas das fibras vegetais são divididas em três partes: microfibrilas de celulose; hemicelulose e lignina [2]. A celulose é responsável pela forma estrutural; a hemicelulose dá estrutura e preenche os espaços vazios de uma célula vegetal, pela resistência mecânica da microfibrila; já a lignina preenche os espaços vazios deixados pela celulose e hemicelulose, e ajuda na resistência contra fungos e bactérias, no armazenamento de energia e retardante de chama [10]. Na Fig. 7 vemos as estruturas das fibras naturais.



**Figura 7:** Esquema Representativo da Microfibrila

Fonte: [2]

Atualmente, são várias as fibras usadas como reforço de matrizes, destacando-se nesse trabalho as fibras de Juta e de Curauá, principalmente pela crescente demanda na indústria [10]. Na Tabela 3 temos algumas propriedades mecânicas de fibras vegetais.

Fibra	Resistência à Tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Deformação (%)
Algodão	287 - 597	6 - 10	2 - 10
Rami	212,32 ± 7,28	30,39 ± 10,80	2,62 ± 0,20
Sisal	398,48 ± 83,70	61,99 ± 25,30	2,74 ± 0,70
Bambu	140 - 441	11 - 36	2,5 - 3,5
Curauá	1930 ± 249,5	87,23 ± 15,40	3,94 ± 0,60
Juta	254,5 ± 80,3	22,33 ± 10,10	2,52 ± 0,40

**Tabela 3:** Características Físicas e Mecânicas de Algumas Fibras

Fonte:[10]

A Juta, mostrada na Fig. 8, é uma fibra muito utilizada como reforço em compósitos. Seu nome científico é *Corchorus capsularis*, da família *Tiliaceae* [4]. Encontrada, originalmente, na Índia e Bangladesh, hoje é produzida em diversos lugares, como na região norte do Brasil, que possui água em abundância e temperaturas elevadas, características ideais para o crescimento da planta [2, 17].



**Figura 8:** Planta Juta

Fonte: [2]

A juta possui um talo de, aproximadamente, 20 mm de diâmetro, e chega entre 3 a 4 metros de altura. A fibra que é utilizada fica entre a casca e o talo interno. Sua extração é feita com um corte rente ao solo, retirada das folhas e um processo maceração. Em seguida, os feixes da planta são colocados em água para amolecer a casca. A qualidade da fibra vai depender do comprimento médio, que deve ser em torno de 3,2 m, e o corte da haste e do caule devem ser feitos assim que a flor murchar [18].

Graças ao seu fácil acesso, baixo custo e boas características, existem muitos estudos que fazem uso dessa fibra, como o efeito do tratamento químico nas propriedades térmicas dos compósitos híbridos naturais, feito por [2] que mostrou melhora na estabilidade térmica dos compósitos juta + rami, juta + curauá, e juta e juta + sisal, quando tratados quimicamente com mercerização e a silanização.

Também foi observada uma melhora no acabamento superficial com o tratamento alcalino, e o tratamento misto adicionou um revestimento à superfície da fibra. Entretanto, para compósitos de juta e juta + curauá, há resposta melhor sem o tratamento [19]. Ademais, analisou-se o desempenho do processo de infusão a vácuo na fabricação de compósitos de fios de juta e resina poliéster, em comparação ao processo de laminação manual. Foram analisados a porosidade, a resistência à tração, os custos, a redução da emissão de voláteis e a expectativa de contribuição social. Os resultados, tanto quantitativos, quanto qualitativos, apontaram uma resposta positiva para a técnica utilizada.

A juta também foi estudada por PORTELA [20] como reforço de compósitos geopoliméricos, uma alternativa para o uso de cimento, que em sua produção emite uma elevada quantidade de CO<sub>2</sub>. Para isso, foram usados o hidróxido de potássio e silicato de hidróxido de potássio como ativadores, misturados à metacaulinita, ao cimento e à areia.

Os ensaios de caracterização foram feitos usando técnicas de Fluorescência de raio-x (FRX), Difractometria de raio-x (DRX); enquanto os ensaios químicos e físicos, ensaios de tração e flexão, e análise da microestrutura por MEV, foram realizados para a caracterização dos materiais. Os resultados

obtidos mostram que as fibras aumentaram o desempenho mecânico de tração e flexão do compósito geopolímero.

### 2.2.3 Fibra de Curauá

Curauá, de nome científico *Ananas erectifolius*, é uma planta bromeliácea, nativa da Amazônia paraense, no Brasil. Em algumas regiões, como a do Vale do Jarí, é uma das principais fontes de renda para a população local, por conta de sua viabilidade em terrenos áridos e degradados, além da grande relevância cultural para a região [21].



**Figura 9:** a) Planta Curauá b) Fibra de Curauá

Fonte: [22]

Existem cinco variantes da espécie, sendo as "brancas" de folhas verdes e a "roxa" com folhas roxo-avermelhadas as mais comuns. As de fibra branca são as mais cultivadas por questões agrônômicas, enquanto a roxa apresenta um melhor desempenho mecânico [23].

Cada planta produz de 7 a 10 folhas, com até 1,5m de comprimento e 4 cm de largura, o que rende, aproximadamente, 2 kg de fibras. A colheita é feita até duas vezes por ano. Vale ressaltar que a fibra de curauá possui propriedades mecânicas superiores a outras fibras naturais, como o sisal e a juta, o que atraiu atenção da comunidade científica [21, 23].

Trabalhos vêm sendo feitos, como do LINCONL [23], que buscou encontrar tratamentos químicos que melhorassem a interação fibra/matriz. Para isso, as fibras in natura foram tratadas com os agentes  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  10% (massa/volume);  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  14% (m/v);  $\text{NaOH}$  5% (m/v);  $\text{KOH}$  10% (m/v) e silano 5% (m/v). E caracterizadas por meio de análises térmicas; espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR); difração de raios-X (DRX) e MEV.

Além disso, também foram feitos ensaios mecânicos de tração, flexão e impacto. Todos os tratamentos feitos modificaram quimicamente a estrutura da fibra. O compósito curauá  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ /poliéster foi o que apresentou maior cristalinidade nas fibras; enquanto curauá silano/poliéster apresentou a maior estabilidade térmica entre os compósitos.

A inserção das fibras tratadas nos compósitos de poliéster também melhorou as propriedades mecânicas de tração e flexão dos compósitos de fibras tratadas em relação aos compósitos de fibra in natura. Na análise das propriedades mecânicas (impacto) se observou um aumento na resistência ao impacto dos compósitos de fibras tratadas em comparação à matriz pura.

O que foi estudado por Junior *et. al* [24] é como o reforço de fibras curtas de curauá implica nas propriedades mecânicas de diferentes compósitos poliméricos. São eles: termofixos, poliéster e biodegradáveis termoplásticos, polihidroxibutirato (PHB) e poliácido láctico (PLA).

Foram realizados ensaios de tração mecânica e, para curauá  $\text{NaOH}$ /epóxi, o tratamento alcalino teve um impacto positivo de 25,3% na resistência à tração,

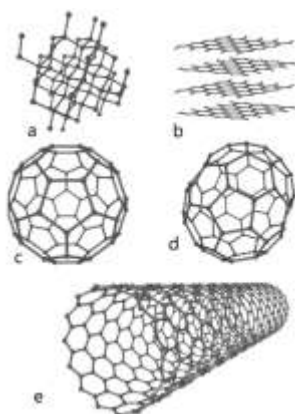
em comparação aos compósitos de fibra não tratada. O curauá NaOH/PHB e NaOH/PLA de curauá aumentaram 8,6% e 5,2%, respectivamente, em relação à matriz pura. Já o curauá NaOH / poliéster apresentou queda de 7,7%.

Assim, os resultados indicam que as fibras curtas são mais eficientes em compósitos epóxi do que polímeros termoplásticos, o que pode estar relacionado ao tipo de processamento e à efetividade de adesão entre os diferentes grupos químicos no PLA e PHB com os hidroxilos das fibras de curauá.

## 2.3 Nanotubos de Carbono (NTC)

O carbono é um elemento químico capaz de apresentar diversas estruturas distintas. Isso ocorre graças às diferentes formas de organização das ligações covalentes. Ou seja, é um elemento alotrópico, como mostra a Fig. 10. Suas formas mais conhecidas são o grafite e o diamante, entretanto, existem outras como o fulereno, que é uma família de nanomoléculas super aromáticas e simétricas [9].

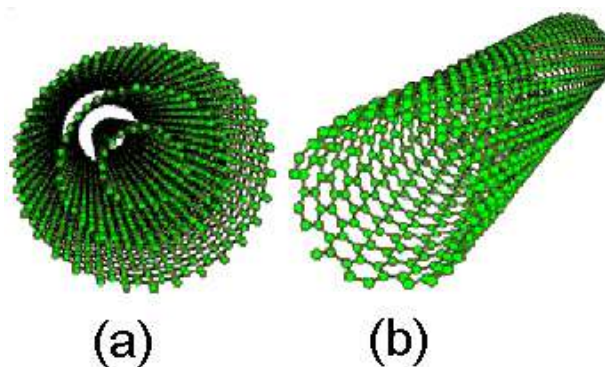
Os nanotubos de carbono foram descobertos em 1991, pelo cientista japonês Sumio Iijima, como um subproduto obtido na síntese do fulereno, e consiste em uma lâmina de grafita enrolada em formato de tubo com ambas as extremidades fechadas por hemisférios C<sub>60</sub> de fulerenos [21].



**Figura 10:** Formas alotrópicas do carbono: a) Diamante b) grafite c) Fulerenos C<sub>60</sub> d) Fulerenos C<sub>70</sub> e) Nanotubos de carbono

Fonte: [9]

Muitas pesquisas vem sendo desenvolvidas acerca das propriedades mecânicas e elétricas dos NTC. Os nanotubos de carbono são estruturas tubulares, formados de folhas de grafeno enroladas, e podem ser categorizados de acordo com sua estrutura de duas formas: nanotubos de parede simples (SWCNT – em inglês, “*single-walled carbon nanotubes*”), que são formados por uma única camada de grafeno enrolada; e nanotubos de paredes múltiplas (MWCNT – em inglês, “*multi-walled carbon nanotubes*”), mostrados na Fig. 11, formados por várias camadas concêntricas de grafeno [24].



**Figura 11:** (a) NTC de Paredes múltiplas (MWCNT) (b) Parede única (SWCNT)

Fonte [24]

Os MWCNT são relativamente dúcteis, apresentam elevada resistência e rigidez. Os SWCNT são os materiais mais resistentes já conhecidos. Seu limite de resistência à tração variam de 50 a 200 GPa, módulo de elasticidade na ordem de 1 TPa com deformação na fratura entre 5-20% [18]. A Tabela 4 faz um comparativo dos dois tipos de NTC com o aço e o alumínio, materiais que são comumente utilizados.

	Resistência à tração (GPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )



SWCNT	50 - 100	500 - 1500	1
MWCNT	10 - 60	200 - 1000	2,16
Aço	0,400	200	7,86
Aluminio	0,11	70	2,71

**Tabela 4:** Comparação NTC e Outras Materias Convencionais

Fonte: [25]

Mendonça [9] realizou um estudo que caracterizou mecanicamente compósitos com matriz polimérica de resina epóxi (Biresin L74), reforçada com nanopartículas de diferentes frações mássicas de nanotubos de carbono (NTC), e de nanopartículas de carbonilo de ferro (NPCFe).

Foram realizados ensaios de tração e flexão para verificar os resultados, no qual foram colocados extensômetros elétricos. Os resultados constataram que a adição dos reforços de NTC e NPCFe na matriz polimérica aumentou a resistência mecânica e o módulo de elasticidade. O aumento da fração mássica de NTC diminuiu a resistência mecânica, enquanto o aumento da fração mássica de NPCFe aumentou também a resistência mecânica.

Na pesquisa Dilfi [26] enxertaram nanotubos de paredes múltiplas num composto rami/epóxi por meio de um agente de acoplamento de silano. Foram feitos ensaios de tração, flexão, cisalhamento e Análise Mecânica Dinâmica (DMA). As propriedades mecânicas termomecânicas das fibras enxertadas foram comparadas com as fibras não tratadas, e obtiveram melhores resultados. Os resultados obtidos no DMA mediante variações de temperatura e picos de amortecimentos também sugerem uma melhora na interface fibra-matriz devido aos NTCs.

Enquanto no estudo de Godara *et. al* [27], buscou-se uma abordagem alternativa para fornecer NTC à superfície da fibra. Para isso, foi feita dispersão de NCT com técnicas de dispersão em resinas em macrocompósitos de fibra de vidro/epóxi unidirecionais, introduzindo os NTC no dimensionamento da fibra, na matriz, e no dimensionamento da fibra e na matriz simultaneamente. A resistência

a ao cisalhamento foi aumentada nos três casos, com ganho máximo de mais de 90% no compósito no qual a introdução foi apenas no dimensionamento da fibra.

### 2.3.1 Dispersão de NTC

A maior dificuldade que se encontra ao trabalhar com nanotubos está na sua incorporação com boa dispersão nas matrizes poliméricas. Isso ocorre pela elevada razão comprimento/diâmetro, e o elevado número de ligações de Van der Waals entre os nanotubos de carbono, que levam à formação de aglomerados, principalmente quando usados em grandes concentrações [23]. Os espaços vazios formam defeitos e limitam a eficiência dos NTCs, visto que as propriedades mecânicas do material dependem de uma boa dispersão de enchimento do reforço pela matriz [9, 25]. Dessa forma, a dispersão depende da escolha da matriz e da interação desta com os NTCs.

Os NTC são insolúveis na maioria dos líquidos, como água e resinas poliméricas [18]. Com isso, vários métodos e técnicas de dispersão de NTCs vêm sendo estudados, entre métodos químicos, físicos e a combinação desses dois métodos. Na Fig. 12 é possível ver algumas técnicas para dispersão em água. Entretanto, algumas técnicas provocam alguns efeitos indesejados, tanto no físico, como no químico.

Dessa forma, é interessante combinar esses métodos, a fim de atenuar inconvenientes e a dispersar de forma mais eficaz [25].

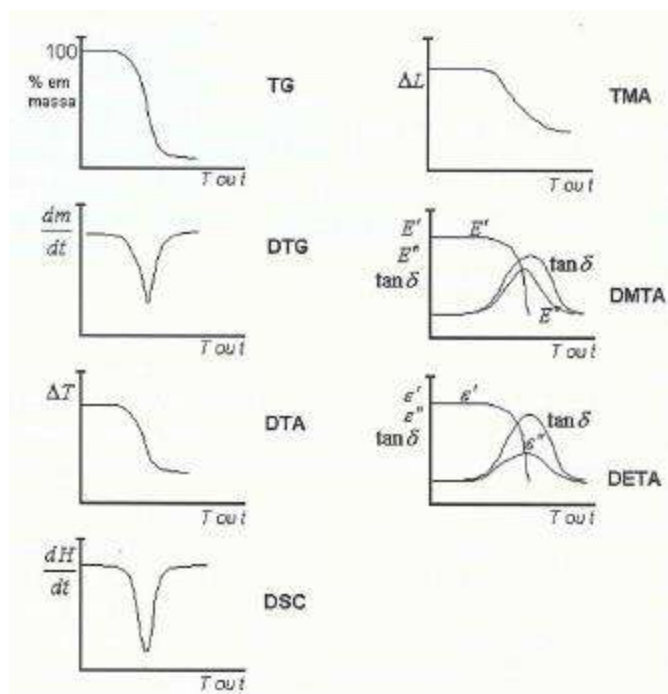


**Figura 12: Técnicas de Dispersão dos NTCs em Água****Fonte: [25]**

## 2.4 Análise Térmica

Existem diversas técnicas para analisar as mudanças físicas ou químicas de uma substância que ocorrem a partir da mudança na temperatura, como quando são aquecidas ou resfriadas, ou em função do tempo, quando há uma programação controlada.

As principais técnicas utilizadas são: a Análise Térmica Diferencial (DTA); a análise termogravimétrica (TG); a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC); a Termogravimétrica Derivada (DTG); a detecção de gás desprendido (EGA); a Análise Dínamo-Mecânica (DMA), ou a Análise Termodinâmico-Mecânico (DMTA). Na Fig. 13 abaixo, estão representadas as curvas e as principais técnicas para ensaios térmicos, além das outras informações que cada um deles utiliza para fazer a análise [2].

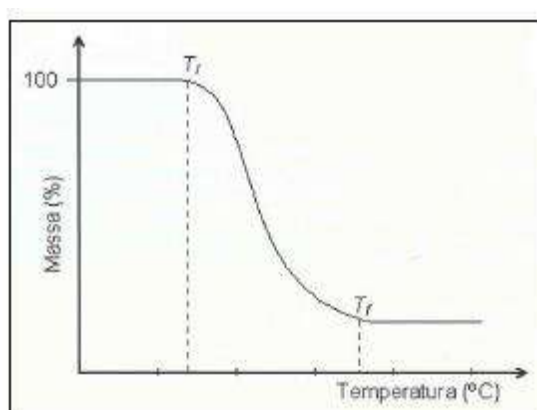


**Figura 13:** Curvas referentes às técnicas de análises térmicas em função da temperatura ou do tempo

Fonte: [2]

### 2.4.1 Análise Termogravimétrica

A TGA é um processo contínuo que mede a variação da massa de uma amostra em função da temperatura, ou do tempo e da temperatura constante. O equipamento usado é constituído por uma balança com sensores de temperatura, que permitem a pesagem da amostra, e um forno [32]. O gráfico obtido tem como eixo vertical o percentual mássico perdido ou adquirido, enquanto no eixo horizontal se tem a variação temporal ou de temperatura. Podemos observar um exemplo na Fig. 14 abaixo.



**Figura 14:** Exemplo de curva de decomposição térmica

Fonte: [2]

Os termos  $T_i$  e  $T_f$  são os pontos inicial e final, respectivamente. No primeiro, obtém-se a maior temperatura em que começa a variação mássica para as condições experimentais ("onset"); enquanto o segundo é o ponto no qual a amostra deixa de ser estável termicamente e libera substâncias voláteis, indicando o fim do processo.

Os principais fatores que podem afetar os resultados obtidos nos experimentos são [2]:

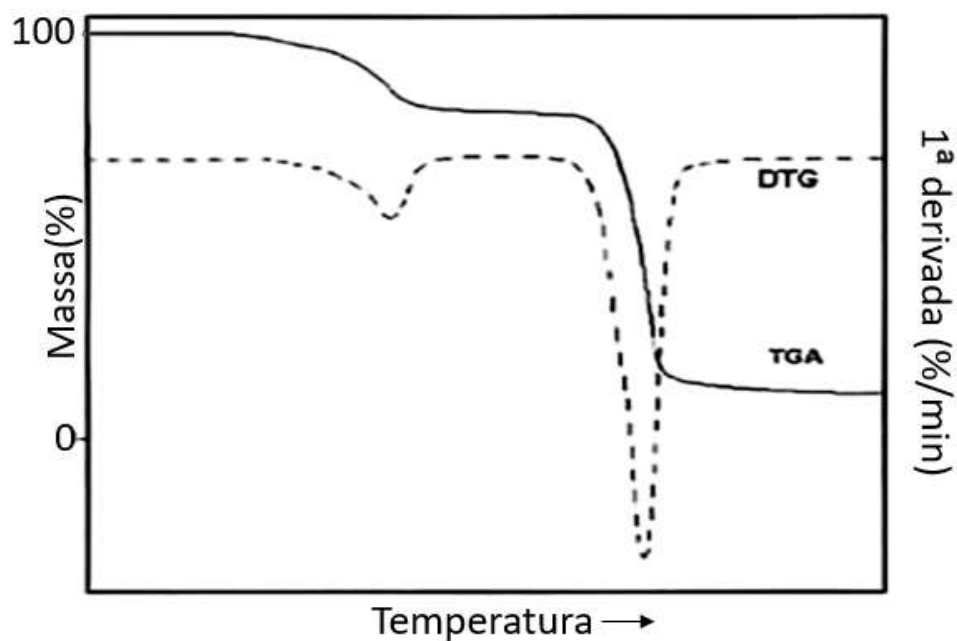
- Amostra: análise é afetada pela massa, volume e forma física da amostra;
- Atmosfera da câmara: tipo, natureza e pressão do gás, tanto o de arraste, quanto ao redor da amostra;

- Condições de operação: tamanho e geometria do cadinho, velocidade da variação de temperatura e posição do termopar.

## 2.4.2 Termogravimetria Derivada (DTG)

A DTG é um arranjo matemático que fornece a derivada primeira da curva termogravimétrica, em função do tempo ou da temperatura. A curva é a curva termogravimétrica derivada, ou curva DTG. A derivada deve ser colocada em ordem, com as perdas de pesos voltadas para baixo e t ou T em abscissas, com valores crescentes da esquerda para direita [33].

Para uma melhor avaliação e visualização das curvas de TG, foram desenvolvidos instrumentos capazes de registrarem, automaticamente, a derivada das curvas de TG [34].



**Figura 15:** Exemplo de curva de decomposição térmica

Fonte: [Autores]

## 3 Metodologia

### 3.1 Seleção do Material

A fibra de juta foi fornecida pela Sisalsul (São Paulo, Brasil), as fibras de curauá foram fornecidas pela Universidade Federal Rural da Amazônia (UFRA, Amazônia, Brasil). Os nanotubos selecionados nesta pesquisa são do tipo MWCNT, fornecido por nanoestruturas e Materiais Amorfos, EUA, com uma pureza média de 95%, um diâmetro externo de 50-100 nm, um diâmetro interno de 5-10 nm, e um tamanho médio de 5-10  $\mu\text{m}$ . As propriedades mecânicas dos MWCNTs são apresentadas na Tabela 5.

Propriedades	MWCNT
Densidade ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	1,8
Limite de Resistência a Tração (GPa)	10-60
Estabilidade térmica no ar ( $^{\circ}\text{C}$ )	700

**Tabela 5:** Dados do Fornecedor

Fonte: [Autores]

A segunda etapa foi a preparação dos compósitos com a porcentagem em peso do MWCNT (0,6 % em peso) adicionado nas fibras naturais. Misturou-se, com o auxílio de um sonicador, os nanotubos em água destilada (100ml), e sonificado por 40 minutos, por 75W.

### 3.1.1 Sonicador

Foi utilizado o sonicador ultrassônico QR500, Ultronique, marca *Eco Sonics*, localizado no Laboratório de Compósitos e Adesivos (LADES) – CEFET/RJ. Fig. 16 para a dispersão dos NTC de múltiplas paredes.



**Figura 16:** Sonicador do CEFET/RJ Uned. Maracanã

Fonte: [Autores]

O tempo e a energia da sonicação são importantes para dispersar as nanopartículas e quebrar as aglomerações, sem danificar os nanotubos de carbono.



### 3.1.2 Estufa

Uma estufa a vácuo SL104/40, marca *Sololab*, pertencente ao LADES, foi utilizada para secar as fibras naturais (juta e curauá) que estavam imersas em água destilada por 1 hora. Sendo assim, as amostras ficaram na estufa, a vácuo, por 1h, a 100°C.



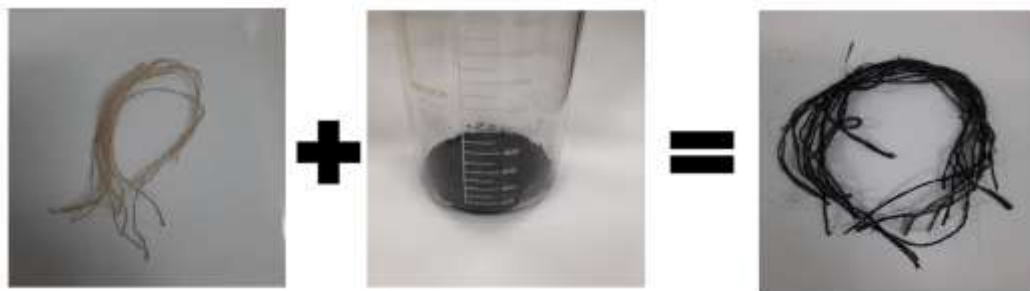
**Figura 17:** Estufa do CEFET/RJ Uned. Maracanã

Fonte: [Autores]

### 3.1.3 Procedimentos

Nesta pesquisa, foram fabricados 60 corpos de prova (CP), sendo:

- 15 CP's de curauá *in natura* de fibra única;
- 15 CP's de jutas *in natura* de fibra única;
- 15CP's de curauá topados de NTC de paredes múltiplas de fibra única;
- 15CP's de Jutas topados de NTC de paredes múltiplas de fibra única.



**Figura 18:** Fibras de Jutas Topadas de NTC

Fonte: [Autores]



**Figura 19:** Fibras de Curauá Topadas de NTC

Fonte: [Autores]

A Tabela 6 mostra a composição utilizada para as fibras reforçadas com aditivos fabricados.

Compósito	Nomenclatura	Aditivo
Juta	J-0%	0%
Juta + 0,6%	J-0,6%	0,6%
Curauá	C-0%	0%
Curauá + 0,6%	C-0,6%	0,6%

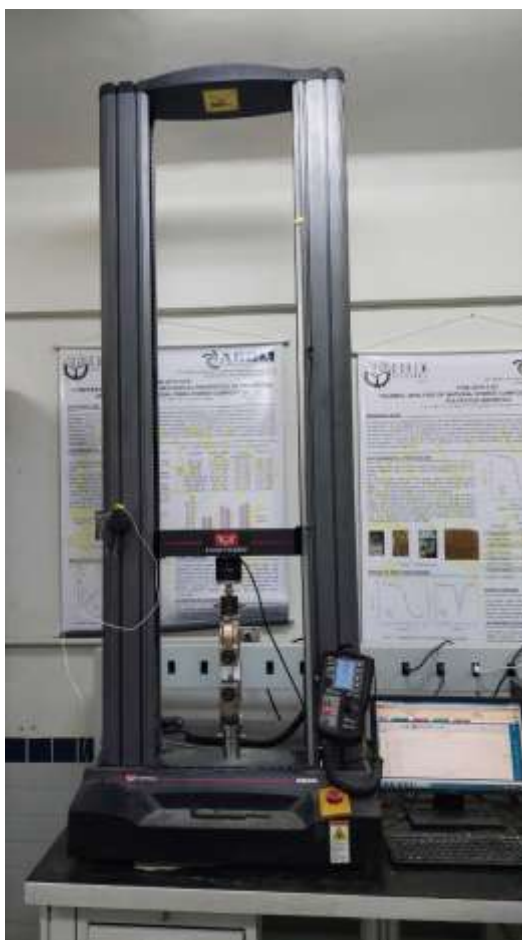
**Tabela 6:** Composição do Material Para as Análises Mecânicas, Térmica e MEV

Fonte: [autores]

## 3.2 Testes e Análises

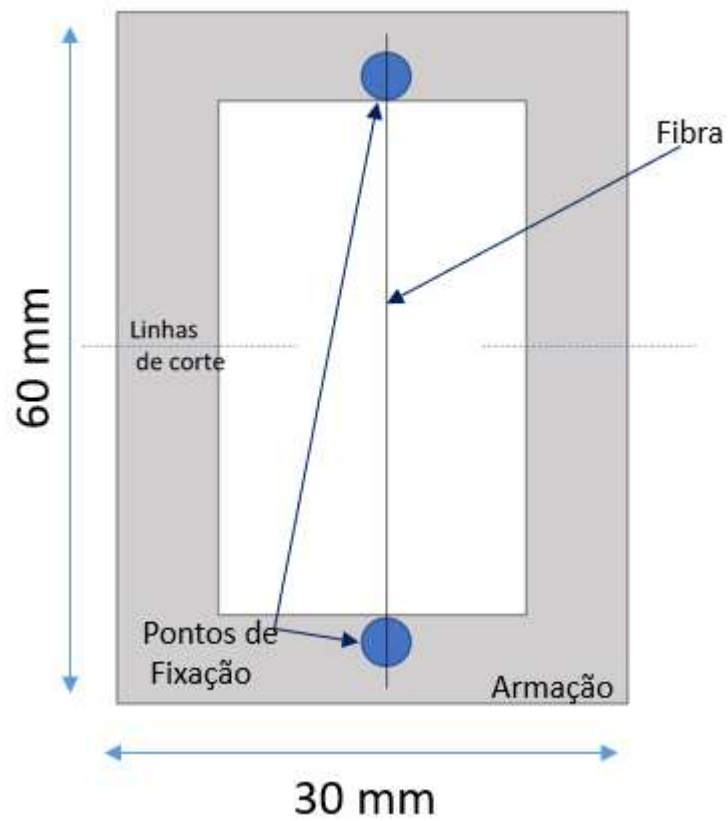
### 3.2.1 Tração

Os testes de tração foram realizados em temperatura ambiente, usando a máquina InstronVR 5966 (Norwood, Massachusetts, EUA), disponível no Laboratório de Materiais Adesivos e Compósitos (LADES) do CEFET/RJ, Rio de Janeiro, Brasil. Quinze Corpos de prova (CP) foram utilizados para cada caso testado, de acordo com a norma ASTM C1557-15, com um teste de velocidade de 0,5 mm/min.



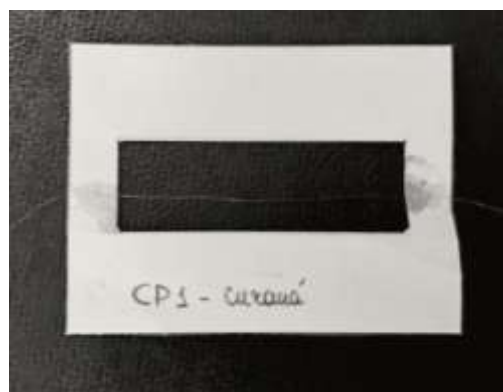
**Figura 20:** Máquina de Ensaio de Tração CEFET/RJ Uned. Maracanã

Fonte: [Autores]



**Figura 21:** Diagrama de Produção de Amostra de Teste de Tração de Fibra Única

Fonte: [Autores]



**Figura 22:** CP Para de Teste de Tração de Fibra Única

Fonte: [Autores]

### 3.2.2 Análise termogravimétrica

A análise Termogravimétrica (TGA) foi realizada na máquina NETZSCH TG 209 F3 Tarsus (Netzsch-Geratebau GmbH, Alemanha), presente no Laboratório de Materiais Adesivos e Compósitos (LADES) do CEFET/RJ, Rio de Janeiro, Brasil. A preparação dos compósitos, com porcentagem em peso do MWCNT (0,6 % em peso), misturou-se com o auxílio do sonicador, supracitado.



**Figura 23:** Máquina para TGA

Fonte: [Autores]

### 3.2.3 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Foram realizadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) de alta resolução com Microanálise de Raios-X: JEOL - JSM-7100F do Laboratório de

Caracterização de Nanotecnologia (CENANO), do Instituto Nacional de Tecnologia (INT), Rio de Janeiro, Brasil, a fim de observar suas morfologias *in natura*, e topadas com o NTC. Para isso, foram selecionadas quatro amostras de fibras, sendo duas naturais e duas modificadas. Os materiais foram metalizados com ouro por 3 minutos, a 20mA.



**Figura 24:** Máquina para Metalização das Fibras Emitech k5550x

Fonte: [Autores]



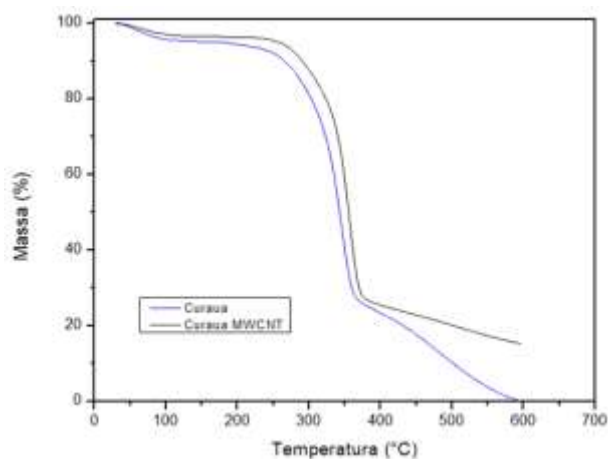
**Figura 25:** Máquina para Metalização das Fibras Emitech k5550x

Fonte: [35]

## 4 Resultados e Discussões

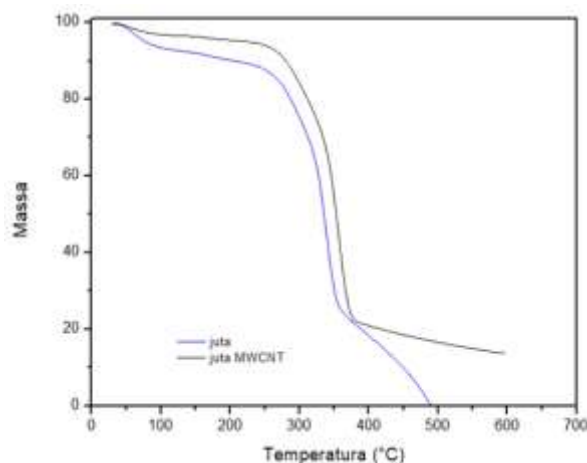
### 4.1 Termogravimétrica (TGA)

A análise TGA foi usada para medir a perda de peso das fibras em função do aumento da temperatura. A Fig. 26 traz as curvas TGA das fibras de juta e curauá, pura e reforçada, com MWCNT. E a Fig. 27 o DTG de ambos os tipos de fibra pura e reforçada, na qual mostra a perda de massa das amostras em função do aumento da temperatura e o tempo, respectivamente.



**Figura 26:** Curva TGA Para os Compósitos Puros e Reforçados com MWCNT

Fonte: [autores]



**Figura 27:** Curva TGA Para os Compósitos Puros e Reforçados com MWCNT

Fonte: [autores]

Todas as fibras apresentam estágios característicos quando submetidos à elevação da temperatura. O primeiro é uma leve perda mássica que ocorre quando as temperaturas estão entre 30°C e 180°C, devido à retirada da umidade das fibras. O segundo estágio ocorre entre 215°C e 450°C, no qual acontece a degradação da fibra. De 220°C a 380°C, ocorre a degradação da hemicelulose e celulose. A 450°C há a degradação da lignina [36, 37]. Vale ressaltar que a lignina se decompõe lentamente em toda esta faixa de temperatura, no entanto, a decomposição mais pronunciada está na terceira degradação [38].

É possível notar que, quando a temperatura atinge 100 °C, temos uma perda mássica das fibras de juta crua de 6,68% e 3,17% da fibra reforçada com MWCNT; enquanto que, para o Curauá, a perda é de 4,22% e 2,96% para a fibra reforçada, devido à perda de umidade. A literatura traz como referência a temperatura de 180°C para toda retirada completa da umidade, que pode ser devido à remoção de moléculas de água que permaneceram nas fibras compostas [36, 39]. A Tabela 7 apresenta esses valores.

Fibra	Perda Mássica a 100°C (%)	Perda Mássica a 180°C (%)
J-0%	6,68	9,25



J-0,6%	3,17	4,29
C-0%	4,22	5,05
C-0,6%	2,96	3,58

**Tabela 7:** Resultados da perda Mássica

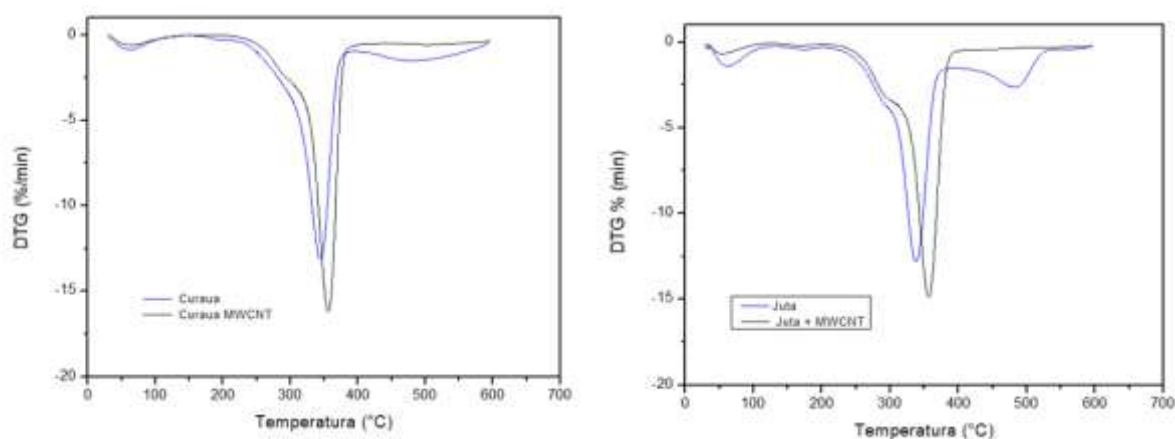
Fonte: [Autores]

O início da degradação dos componentes da fibra é mais instável, visto que a estabilidade térmica é atingida a temperaturas mais elevadas. Para a juta crua a degradação da fibra começa à temperatura de 308,9°C, enquanto a fibra reforçada se inicia a 323,8°C. A fibra Curauá tem a temperatura de início 313,1°C, enquanto a fibra reforçada começa a 331,1°C. Em ambos os casos, as fibras reforçadas com MWCNT obtiveram resultados mais estáveis em todo o processo de degradação.

Além disso, a estabilidade térmica ocorre aproximadamente a 250°C para as fibras de curauá e juta. Nessa faixa de temperatura, pode ocorrer a degradação associada à hemicelulose, pectina e a clivagem de ligações glicosídicas entre a celulose e algumas partes da lignina [38].

As temperaturas para o fim da degradação são de 346,4°C e 357,4°C para a juta pura e a reforçada, respectivamente. As fibras de Curauá terminam em 359,8°C, e 369,5°C para a fibra reforçada. Essa última etapa está associada com a degradação da  $\alpha$ -celulose e lignina.

Nota-se que o nanotubo também aumentou a faixa de degradação estável, o que aumenta as possibilidades de utilização de acordo com a temperatura de trabalho.



**Figura 28:** Curva DTG para as fibras puros e reforçadas com MWCNT

Fonte: [Autores]

O DTG mostra o pico e o ponto máximo da perda de massa em função da temperatura. O resultado mostra o deslocamento das temperaturas de início da degradação. Ou seja, a temperatura de pico se torna mais elevada na fibra pura em comparação à reforçada, o que comprova que a adição dos MWCNT, aumenta a estabilidade térmica em ambas as fibras.

Para a juta, a temperatura de pico foi de 335,8 °C para 357,3 °C, um acréscimo de 21,5 °C. Ou seja, acréscimo de 8%. O Curauá teve um acréscimo de 11,5 °C, acréscimo de 2,7%. De 344,8 °C foi para 356,3 °C. Na tabela 8 há os resultados das perdas mássicas de acordo com a variação de temperatura e a massa residual encontrada no final no experimento.

Fibra	Temperatura (°C)	Perda Mássica (%)	Massa Residual (%)
J-0%	308,9 - 346,4	49,04	8,31
J-0,6%	323,8 - 357,4	70,39	13,59
C-0%	313,1 - 359,8	60,72	0,04
C-0,6%	331,1 - 369,5	60,53	15,2

**Tabela 8:** Resultados da Massa Residual

Fonte: [Autores]

## 4.2 Índice de Oxigênio Limitante (LOI)

O Índice de Oxigênio Limitante (LOI) é a concentração mínima de oxigênio necessária para iniciar a combustão. Com esse dado, é possível

caracterizar a qualidade da fibra oxidada, de acordo com a norma ASTM D 2863-06.

Este teste é amplamente utilizado em compósitos poliméricos e seus efeitos na retardação do fogo. De acordo com a norma, abaixo de 20,95% é considerado facilmente inflamável. Enquanto LOI acima de 28% é considerado como materiais “autoextinguíveis”, ou seja, a chama se propaga com mais dificuldade. A LOI pode ser calculada pela equação 4.1, na qual CR representa o resíduo de carvão obtido dos resultados do TGA [40].

$$LOI = 17.5 + 0.4CR \quad (4.1)$$

Os resultados obtidos estão na tabela 9.

Fibra	LOI
J-0%	20,82
J-0,6%	22,93
C-0%	17,51
C-0,6%	23,58

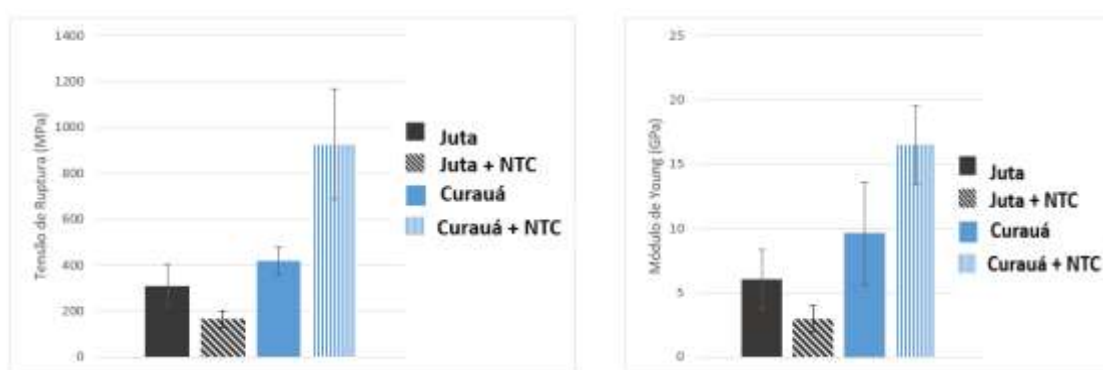
**Tabela 9:** Resultados

Fonte: [Autores]

A adição dos NTCs forma uma rede contínua na superfície da fibra que reduz a inflamabilidade do material, e torna os materiais retardantes de fogo [37]; dificultam a combustão; diminuem a velocidade de queima e a emissão de fumaça. Os resultados mostram que os NTCs aumentam o LOI. Entretanto, o aumento da juta foi de 2,11%, enquanto o de curauá 6,06%. Esse maior aumento se deu devido a maior adesão do NTC na fibra de curauá, fazendo com que cobrissem mais uniformemente a fibra.

### 4.3 Ensaio de Tração

Foram submetidos ao ensaio de tração direta 60 CP's, sendo 15 amostras de cada variedade de fibra. Com os dados obtidos, calculou-se a deformação específica e a tensão, relacionando os dados através de um Gráfico de barras Tensão versus Deformação.



**Figura 29:** Gráficos da Tensão de Ruptura e Módulo de Yong

Fonte: [Autores]

Para o cálculo do módulo de elasticidade, utilizou-se os valores gerados pela curva do gráfico de cada fibra, levando em consideração os valores compreendidos entre uma média dos CP's, utilizando o trecho linear inicial das curvas, gerando a tabela abaixo.

Fibras	Força (N)	Tensão de Ruptura (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento(%)
J-0%	1,04±0,32	308,18±95,25	6,04±2,34	6 ± 2
J-0,6%	0,95±0,21	165,22±35,90	3,32±1,03	5 ± 1
C-0%	2,45±1,42	419,09±159,65	12,63±5,6	9 ± 4
C-0,6%	33,88±1,55	927,17±244,93	16,50±4,10	10 ± 1

**Tabela 10:** Resultados Obtidos

Fonte: [Autores]

A fibra de curauá teve um aumento expressivo de mais de 100% sobre suas propriedades mecânicas, o que se era esperado, por razão do reforço de NTC e pela sua superfície de lamelas bem definidas que, por si só, já garantiria uma boa aderência. Porém, a fibra de juta teve um decréscimo de 50% das suas propriedades, o que vai contra o esperado, que seria algo próximo a uma melhora de 300% [40]. Essa piora pode ser justificada pelo método de dispersão no NTC na fibra ter sido diferente da literatura de apoio, o que pode ter gerado um acúmulo de NTC em partes da fibra, fenômeno chamado de aglomeração, que gera alguns concentradores de tensão, fazendo com que a fibra se tornasse ainda mais frágil.

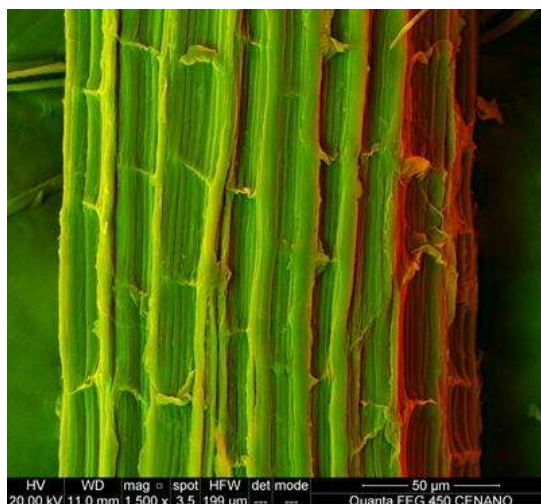
#### 4.4 Avaliação da Morfologia pelo MEV

Na análise de MEV é possível ver a morfologia das fibras. Na Fig. 30 e Fig. 31 é possível ver a diferença entre elas. A Juta apresenta uma morfologia lisa, enquanto o Curauá apresenta lamelas, fazendo com que sua seção transversal seja em formato de estrela. Essas ranhuras ajudam tornar o Curauá mais dúctil, enquanto a juta é mais frágil.



**Figura 30:** Micrografia MEV da Juta

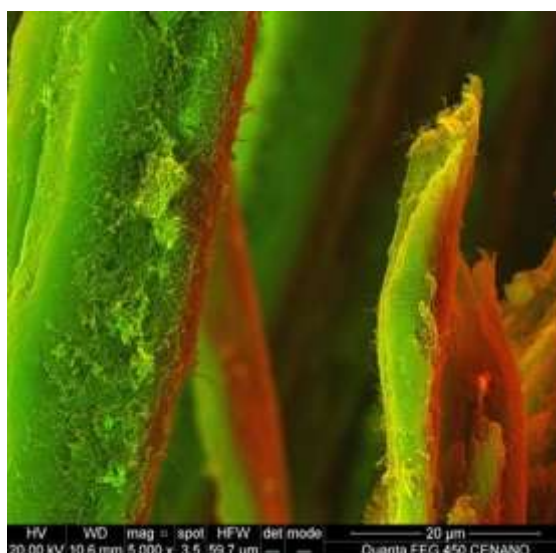
Fonte: [Autores]



**Figura 31:** Micrografia MEV de Curauá

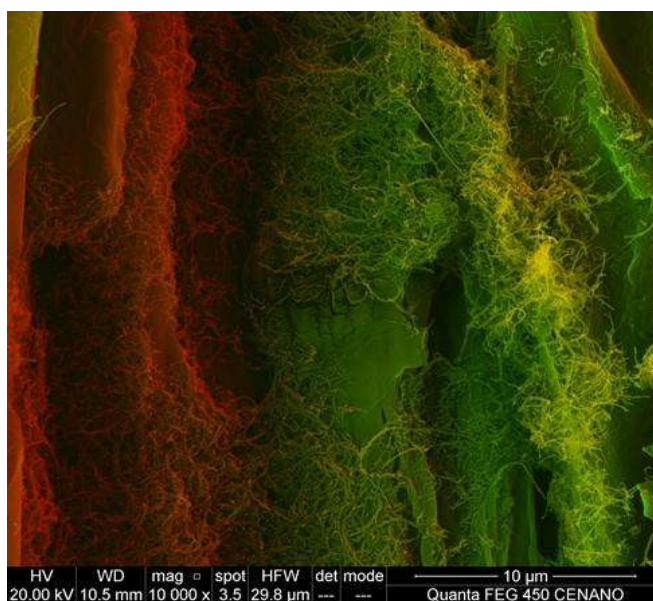
Fonte: [Autores]

Nas Figuras 32 e 33 é possível ver como o NTC adere melhor na fibra de Curauá do que na Juta. Isso ocorre porque o MWCNT adere nos sulcos entre as lamelas da fibra de Curauá; enquanto a juta, por ser lisa, tem baixa adesão. A melhor adesão dos NTC na fibra de curauá está diretamente relacionada com os resultados obtidos nos ensaios de tração.



**Figura 32:** Micrografia MEV da Juta reforçada com NTC de paredes Múltiplas

Fonte: [Autores]



**Figura 33:** Curauá reforçada com NTC de paredes Múltiplas

Fonte: [Autores]



## 5 Conclusões

- As propriedades mecânicas das fibras, com a adição de NTC de múltiplas na fibra de Curauá, tiveram um aumento expressivo nas suas propriedades Mecânicas.
- A fibra de Juta teve uma piora de, praticamente, 50% nas suas propriedades. Este fato pode estar associado ao processo aglomeração de MWCNT na fibra, gerando concentradores de tensão.
- Os gráficos obtidos do TGA mostram que as fibras reforçadas apresentam maior estabilidade térmica e aumentam o LOI.
- A morfologia lisa da juta gerou uma dificuldade na adesão dos NTC, provocando concentradores de tensão.
- A morfologia de Curauá, com lamelas mais definidas, ajudou a dispersar fibra x NTC com maior uniformidade.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] KOTIK, H. G. “Fibras naturais e compósitos reforçados com fibras naturais: a motivação para sua pesquisa e desenvolvimento”, Revista Matéria, v. 24, n. 03, Dezembro 2019.
- [2] DE SOUZA E SILVA NETO, J. EFEITO DO TRATAMENTO QUÍMICO NAS PROPRIEDADES TÉRMICAS DOS COMPÓSITOS HÍBRIDOS NATURAIS. Mestrado, Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, Rio de Janeiro, 2018.
- [3] DE ARAUJO ALVES LIMA R, KAWASAKI CAVALCANTI D, D. S. E. S. N.J. M. D. C. H. B. M. “Effect of surface treatments on interfacial properties of natural intralaminar hybrid composites”, Society of Plastics Engineers, pp.1–12, Agosto 2019.
- [4] QUEIROZ, H. F. M. D. ANÁLISE DE JUNTAS COLADAS COM COMPÓSITOS HÍBRIDOS DE JUTA/FIBRA DE VIDRO INTERLAMINAR E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM ADITIVOS PARTICULADOS. Mestrado, Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca - CEFET/RJ, Rio de Janeiro, 2021.
- [5] FIBERS, D. N. “Top 10 Cotton Producing Countries in the World”. Acessado setembro 2021. Disponível em: <[https://dnfi.org/cotton/top-10-cotton-producing-countries-in-the-world\\_4785/](https://dnfi.org/cotton/top-10-cotton-producing-countries-in-the-world_4785/)>.
- [6] GAY, D. “Composite Materials design and applications”. In: Composite Materials design and applications, 4 ed., cap. 1, Florida, USA, CRC Press LLC,2003.

[7] DOS SANTOS, J. K. D. Resistência residual após impacto em compósitos híbridos de matriz estér vinílica reforçada por fibra de vidro e Kevlar. Tese de D.Sc., Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2018.

[8] Seixas, G.; ABSORÇÃO DE ÁGUA EM COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS E O EFEITO DA HIBRIDIZAÇÃO INTERLAMINAR E DE PARTICULADOS SINTÉTICOS NA DIFUSÃO. Dissertação de bac., Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, Rio de Janeiro, 2021.

[9] DE SOUSA MELO MENDONÇA, V. C. Caracterização das propriedades mecânicas de uma resina epoxy reforçada com nanotubos de carbono e ferro. Mestrado, Escola Superior de Tecnologia e Gestão do Instituto Politécnico de Leiria, Portugal, 2019.

[10] PEREIRA, A. L. Compósitos reforçados com fibras naturais. Tese de Doutorado, Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, Rio de Janeiro, 2020.

[11] DE SIQUEIRA, J. E. L. Utilização de fibras naturais e sintéticas em argamassas de revestimento de alvenaria: estudo comparativo de desempenho. Mestrado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.

[12] LEITE, F. L. P. P. Durabilidade de compósitos de matriz termoplástica/termoendurecível reforçada com fibras sintéticas e naturais. Mestrado, Universidade do Minho, Portugal, 2017.

[13] MIRABEL C. REZENDE, E. C. B. “O Uso de Compósitos Estruturais na Indústria Aeroespacial”, Polímeros: Ciência e Tecnologia, v. 10, n. 2, junho 2000.

[14] FELIPE SOUTO, VERONICA CALADO, N. P. J. “Fibras de carbono a partir

de lignina: uma revisão da literatura”, Revista Matéria, v. 20, n. 1, pp. 100–114, setembro 2015.

[15] CARVALHO, R., R. F., NEVES, J. “Durabilidade de Fibras Naturais para Geotecnia”, Congresso Luso-Brasileiro de Materiais de Construção Sustentáveis.,v. 1, n. 21, pp. 1, 2014.

[16] ADRIANO, V. IGOR.; AWREJCEWICZ, J. D. V. V. “Asymptotical Mechanics of Composites Modelling Composites without FEM”, Cultural Científico, v. 35, n. n.a., pp. 2369–2380, n.a. 2017.

[17] RAMU P, JAYA KUMAR CV, P. K. “Mechanical Characteristics and Terminological Behavior Study on Natural Fiber Nano reinforced Polymer Composite A Review”, Materials Today: proceedings, pp. 1287–1296, Agosto 2019.

[18] DA SILVA FERREIRA, G. Preparação e caracterização de compósitos Híbrido juta e nanotubo de carbono em matriz de polipropileno. Mestrado, Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2019.

[19] ALESSANDRO DE CASTRO CORRÊA, JEAN DA SILVA RODRIGUES, T.F. R. C. A. C. D. M. D. C. G. C. C. C. D. S. L. “Aplicação do TOPSIS na análise do processo de infusão a vácuo para fabricação de compósitos com fios de juta”, ABM, agosto 2021

[19] PORTELA, G. Compósito geopolimérico reforçado com tecido de juta. Mestrado, Universidade Federal do Amazonas, Manaus, Amazonas, 2016

[21] NOAN TONINI SIMONASSI, ARTUR CAMPOS PEREIRA, S. N. M. “Resistência a tração de compósitos de matriz epóxi reforçado com fibras naturais de curauá de alto desempenho”, ABM, outubro 2018.

- [22] ELIANA PAULA CALEGARI, BRANCA FREITAS DE OLIVEIRA, D. M.L. “O desenvolvimento de produtos a partir de novos materiais aplicação de biocompósitos n design de produtos”, *ABM*, v. 5, n. 2, pp. 127–150, dezembro 2014.
- [23] TEIXEIRA, L. A. O EFEITO DA MODIFICAÇÃO QUÍMICA DAS FIBRAS DE CURAUÁ NAS PROPRIEDADES MORFOLÓGICAS, TÉRMICA SE MECÂNICAS DE COMPÓSITOS DE POLIÉSTER. Mestrado, Universidade de Brasília Faculdade do Gama, Brasília, 2019.
- [24] COUTO, G. G. Nanopartículas de níquel: síntese, caracterização, propriedades e estudo de sua utilização como catalisadores na obtenção de nanotubos de carbono. Mestrado, Universidade Federal do Paraná, Paraná, 2006.
- [25] MATEUS, P. S. L. Betão Reforçado por Nanotubos de Carbono. Mestrado, Universidade do Minho, Portugal, 2013.
- [26] ANNA DILFI K. F., Z. C. G. X. “Grafting ramie fiber with carbon nano-tube and its effect on the mechanical and interfacial properties of ramie/epoxy composites”, *Journal of Natural Fibers*, v. 16, n. 3, pp. 388–403, Janeiro 2018.
- [27] A. GODARA, L. GORBATIKH, G. K. A. W. O. R. L. M. F. L. A. V. V. S. L. I. V. “Interfacial shear strength of a glass fiber/epoxy bonding in composites modified with carbon nanotubes”, *Composites Science and Technology*, pp 1348–1352, Abril 2010.
- [28] RODRIGO L. LAVALL, JULIANA A. DE SALES, R. S. B. H. D. R. C. J.C. M. D. W. E. G. G. S. R. G. L. E. L. O. L. “NANOCOMPÓSITOS DE POLIURETANA TERMOPLÁSTICA E NANOTUBOS DE CARBONO DE PAREDES MÚLTIPLAS PARA DISSIPAÇÃO ELETROSTÁTICA”, *Química Nova*, v. 33, n. 1, pp. 133–140, novembro 2010.

- [29] BIOPDI. “Ensaio de tração”. Acessado outubro 2021. Disponível em: <<https://biopdi.com.br/artigos/ensaio-de-tracao/>>.
- [30] CALLISTER, W. “Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução”. In: *Ciência e Engenharia dos Materiais: uma Introdução*, 5 ed., cap. 1, Florida, USA, CRC Press LLC, 2002.
- [31] RAHMAN R, S. P. “Tensile properties of natural and synthetic fiber-reinforced polymer composites”, *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*, pp. 81–102, 2019.
- [32] DE OLIVEIRA, J. B. Avaliação da degradação térmica da biomassa vegetal pau ferro por análise termogravimétrica (TGA). Graduação, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul, 2021.
- [33] GIOLITO, I., M. I. “NOMENCLATURA, PADRÕES E APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS EM ANÁLISE TÉRMICA”, *cerâmica*, v. 26, pp. 17–24, 1980.
- [34] Mothé, C. G.; Azevedo, A. D. - "Análise Térmica de Materiais", São Paulo: Artliber, 2009 ,324p.
- [35] JEOL. “Microscopia Eletrônica de Varredura”. URL <https://www.jeolbenelux.com>, janeiro 2022.
- [36] ZULKARNAIN, B. F. Y. N. A. “Characteristics of kenaf fibre/epoxy composites subjected to thermal degradation”, *Polymer Degradation and Stability (POLYM DEGRAD STABIL)*, v. 98, n. 12, pp. 2752–2759,, n.a. 2013.
- [37] MAHAJABIN BINTE MUSTAFIZ, KAZI HANIUM MARIA, M. J. R. T. M. “Thermal stability of natural fibers and their polymer composite, Bio-

composites from banana tree fibers ambient with multi-walled carbon nanotubes: manufacturing and properties”, *International Nano Letters*, março 2021

[38] HEITOR LUIZ ORNAGHI JR, MATHEUS POLETTTO, A. J. Z. S. C. A. “Correlation of the thermal stability and the decomposition kinetics of six different vegetal fibers”, *Springer Science+Business Media Dordrecht*, Outubro 2013.

[39] MD. JOHURUL ISLAM, MOHAMMAD JELLUR RAHMAN, T. M. “Safely functionalized carbon nanotube–coated jute fibers for advanced technology”, *Advanced Composites and Hybrid Materials*, Junho 2020.

[40] MOHAMMAD ASIM, MOHD T, P. M. C. R. M. S. M. J. M. N. R. S. “Thermal stability of natural fibers and their polymer composites”, *Iranian Polymer Journal*, Maio 2020.

[41] MD. JOHURUL ISLAM<sup>1</sup>, MOHAMMAD JELLUR RAHMAN, T. M. “Safely functionalized carbon nanotube–coated jute fibers for advanced technology”, *Advanced Composites and Hybrid Materials*, v. 3, n. n.a., pp. 285–293, June 2020.