CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

ANÁLISE DE JUNTAS COLADAS COM COMPÓSITOS HÍBRIDOS DE JUTA/FIBRA DE VIDRO INTERLAMINAR E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM ADITIVOS PARTICULADOS

HENRIQUE FERNANDES MEDEIROS DE QUEIROZ

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

Rio de Janeiro
Fevereiro/2021

ANÁLISE DE JUNTAS COLADAS COM COMPÓSITOS HÍBRIDOS DE JUTA/FIBRA DE VIDRO INTERLAMINAR E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM ADITIVOS PARTICULADOS

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.

HENRIQUE FERNANDES MEDEIROS DE QUEIROZ

Banca Examinadora:

_____

Presidente, Professora Dra. Doina Mariana Banea (CEFET/RJ) (orientadora)

_____

Professor Dr. Ricardo Alexandre Amar de Aguiar (CEFET/RJ)

_____

Professor Dr. Paulo Pedro Kenedi (CEFET/RJ)

_____

António Manuel de Bastos Pereira (UA/PT)

Rio de Janeiro
Fevereiro/2021

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

Q3 Queiroz, Henrique Fernandes Medeiros de
Análise de juntas coladas com compósitos híbridos de juta/fibra de vidro interlaminar e caracterização mecânica de compósitos híbridos com aditivos particulados / Henrique Fernandes Medeiros de Queiroz — 2021.
110f : il.(algumas color.) , enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2021.
Bibliografia : f. 106-110
Orientadora: Doina Mariana Banea

1. Nanocompósitos (Materiais). 2. Fibras naturais. 3. Tecnologia de materiais. 4. Juntas adesivas 5. Engenharia mecânica - Materiais. I. Banea, Doina Mariana (Orient.). II. Título.

CDD 688.9

Elaborada pela bibliotecária Tania Mello – CRB/7 nº 5507/04

DEDICATÓRIA

Dedico esta dissertação a minha mãe por todo carinho e dedicação e ao meu falecido pai que não teve a oportunidade de ver seu filho formado.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente,
À minha querida mãe por todo apoio e inspiração.

Aos Professores,
A minha orientadora, Ph.D. Doina Mariana Banea pela orientação e norteamento em todos os estágios da concepção e realização deste trabalho.
Prof. Antônio José (LATEP/INT) pelo acesso a maquinário e ajuda na operação.
Prof. Luís Felipe (LAMAT/CEFET) pelo apoio e acesso ao maquinário.

Ao grupo de pesquisa,
Daniel Cavalcanti, Jorge Neto, Rosemere Lima (LADES/CEFET), assim como a Brenno Duarte (LASEI/CEFET), Hiron Akira (LAMAT) e Técnico Leonardo da Silva pelo suporte e utilização de maquinário.

Ao Técnico de assuntos acadêmicos Fernando Berçot, pelo apoio e ajuda durante o curso.

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ), pela oportunidade de obtenção do grau de Engenheiro e Mestre.

RESUMO

ANÁLISE DE JUNTAS COLADAS COM COMPÓSITOS HÍBRIDOS DE JUTA/FIBRA DE VIDRO INTERLAMINAR E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM ADITIVOS PARTICULADOS

Materiais compósitos têm sido foco cada vez maior de estudos para aplicações industriais devido a suas características de alto desempenho e baixo peso. Fibras naturais possuem características similares, além de serem renováveis e de baixo impacto ambiental. Porém, limitações significativas existem na utilização destas fibras, em especial em conjunto com matrizes poliméricas. Existem algumas técnicas utilizadas para diminuir os impactos negativos do uso das fibras naturais em compósitos como a hibridização e tratamentos químicos. Juntas coladas têm recebido grande atenção tanto acadêmica quanto industrial, devido as suas características positivas em comparação com uniões clássicas (parafusos e soldas). Neste âmbito, a aplicação de compósitos em juntas coladas representa uma ótima possibilidade de aplicação de materiais leves e menos agressivos ao meio ambiente assim como mais baratos em junções de fácil fabricação. O principal objetivo deste trabalho foi investigar o efeito da técnica da hibridização em juntas coladas de compósitos reforçados com fibras de juta/vidro em matriz epóxi e adesivo estrutural automotivo. Além disto, um estudo do efeito da hibridização multi-escala foi conduzido em relação as características mecânicas dos materiais previamente utilizados em juntas coladas. Tecidos bidirecionais de juta e fibra de vidro foram utilizados para fabricar os compósitos híbridos interlaminares. A técnica *hand layup* foi utilizada para fabricação. A sequência de estacamento das camadas foi feita de modo que um núcleo de juta constante fosse mantido, enquanto o número de camadas de vidro exteriores foi variado entre 2 e 3 de cada lado. Juntas de sobreposição simples (SLJ) foram fabricadas para ambos os casos de 2 e 3 camadas de vidro exteriores e testadas em tração de acordo com norma ASTM. Verificou-se aumento significativo da força de ruptura da junta em função do aumento do número de camadas de vidro sem aumento significativo do peso do aderente. O efeito da natureza, escala e fração de peso de reforço aditivo particulado sobre as propriedades mecânicas dos compósitos foi investigado. Duas frações de peso do material aditivo (1% e 3%) de diferentes tipos (por exemplo, pós de juta, curauá e vidro moídos e nano TiO_2) foram utilizados como reforços particulados. Testes de tração, flexão e impacto foram realizados de acordo com normas ASTM. As partículas afetaram as propriedades mecânicas dos compósitos híbridos de diferentes maneiras. Várias tendências do efeito das partículas nas propriedades mecânicas dos compósitos foram observadas devido à interação entre eles (ou seja, escala de partículas, conteúdo e natureza). Foi observado que estes fatores nem sempre podem ser separados. Tendências positivas foram observadas em tração para aditivos sintéticos enquanto o oposto foi visto para os naturais. Em flexão, os efeitos foram negativos em todos os casos. Em impacto melhorias foram observadas em função do aumento do conteúdo. As tendências negativas observadas são provavelmente devidas à natureza hidrofílica do material aditivo e à sua escala.

Palavras-chave: Compósito híbrido, fibras naturais, juntas coladas, reforços particulados

ABSTRACT

ANALYSIS OF INTERLAMINAR JUTE/GLASS FIBER REINFORCED HYBRID COMPOSITE ADHESIVE JOINTS AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF HYBRID COMPOSITES WITH PARTICULATE ADDITIVES

Composite materials have been an increasing focus of studies for industrial applications due to their characteristics of high performance and low weight. Natural fibers have similar characteristics, in addition to being renewable and of low environmental impact. However, significant limitations exist in the use of these fibers, especially in conjunction with polymeric matrices. There are some techniques used to reduce the negative impacts of using natural fibers in composites such as hybridization and chemical treatments. Adhesive joints have received great academic and industrial attention, due to their positive characteristics compared to classic joints (screws and welds). In this context, the application of composites in adhesively bonded joints represents an optimal possibility of applying lightweight materials that are less aggressive to the environment as well as cheaper in joints that are easy to manufacture. The main objective of this work was to investigate the effect of the hybridization technique on adhesively bonded joints of composites reinforced with jute/glass fibers in epoxy matrix and an automotive structural adhesive. In addition, a study of the effect of multi-scale hybridization was conducted in relation to the mechanical characteristics of the materials previously used in bonded joints. Bidirectional fabrics of jute and glass fiber were used to manufacture the hybrid interlaminar composites. The hand layup technique was used for manufacturing. The layering sequence was made so that a constant jute core was maintained, while the number of outer glass layers was varied between 2 and 3 on each side. Single lap joints (SLJ) were manufactured for both cases of 2 and 3 layers of exterior glass fiber and tested in traction according to an ASTM standard. There was a significant increase in the failure load of the joint due to the increase in the number of layers of glass without a significant increase in the weight of the adherend. The effect of nature, scale and weight fraction of particulate additive reinforcements on the mechanical properties of the composites was investigated. Two fractions of weight of the additive material (1% and 3%, in relation to resin + hardener) of different types (for example, milled jute, curauá and glass and nano TiO_2) were used as particulate reinforcements. Tensile, flexion and impact tests were performed according to ASTM standards. The particles affected the mechanical properties of hybrid composites in different ways. Several trends in the effect of particles on the mechanical properties of composites have been observed due to the interaction between them (i.e., particle scale, content and nature). It has been observed that these factors cannot always be separated. Positive trends were observed in traction for synthetic additives while the opposite was seen for natural ones. In flexion, the effects were negative in all cases. Under impact condition, improvements were observed as a function of increasing content for nano TiO_2 particles. The negative trends observed are probably due to the hydrophilic nature of the additive material and its scale.

Keywords: Hybrid composite, natural fibers, adhesive joints, particulate reinforcements

SUMÁRIO

1. Introdução 1
1.1 Motivação 2
1.2 Objetivo 3
1.3 Metodologia 3
1.4 Organização do Trabalho 4
2. Revisão Bibliográfica 5
2.1 Adesivos 5
2.2 Vantagens e Desvantagens 7
2.3 Classificação dos Adesivos 8
2.3.1 Função 9
2.3.2 Composição química 10
2.4 Defeitos em Juntas Coladas 11
2.4.1 Camada fraca 12
2.4.2 Concentração de tensões 12
2.4.3 Irregularidades de superfície 13
2.5 Tipos de Juntas 14
2.6 Preparo da Superfície 15
2.7 Processo de adesão 15
2.8 Modos de Ruptura 16
2.8.1 Falha adesiva 17
2.8.2 Falha coesiva 18
2.8.3 Falha coesiva de camada fina 18
2.8.4 Falha por delaminação 19
2.8.5 Falha por delaminação leve 20
2.8.6 Falha por quebra de substrato 20
2.9 Propriedades do adesivo 21
2.10 Propriedades do aderente 22
2.11 Espessura da camada adesiva 23
2.12 Comprimento de sobreposição 24
2.13 Compósitos 25
2.13.1 Projeto de materiais compósitos 27
2.14 Reforços e Matrizes 29

2.14.1 Reforços 29
2.14.2 Reforços fibrosos sintéticos 31
2.14.3 Reforços fibrosos naturais 33
2.15 Reforços particulados 38
2.15.1 Reforços nano 38
2.15.2 Reforços micro 40
2.16 Dispersão 42
2.17 Matrizes 43
2.17.1 Termoplásticas 43
2.17.2 Termorrígidas 44
2.18 Processos de Fabricação 44
2.19 Ensaios 47
3. Materiais e Métodos 49
3.1 Resina 49
3.2 Adesivo 50
3.3 Fabricação de materiais compósitos híbridos 51
3.4 Fabricação de compósitos reforçados com aditivos 55
3.5 Fabricação de espécimes tipo osso de cão (*dogbone*) 59
3.6 Fabricação de juntas coladas 60
3.7 Ensaios 65
3.7.1 Tração 66
3.7.2 Flexão 66
3.7.3 Impacto 67
3.7.4 Ensaio de tração de junta colada 68
4. Resultados e Discussão 69
4.1 Tração 69
4.1.1 Efeito da hibridização multi-escala nas propriedades trativas do compósito de juta 74
4.1.2 Efeito da natureza e do conteúdo do enchimento nas propriedades trativas dos compósitos de base híbrida (H-0) 75
4.2 Flexão 78
4.2.1 Efeito da hibridização multi-escala 79
4.2.2 Efeito da natureza e do conteúdo do aditivo nas propriedades de flexão dos compósitos híbridos (H-0) 81
4.3 Impacto 82
4.3.1 Efeito da hibridização multi-escala nas propriedades de impacto dos compósitos de juta pura (J-0) 83
4.3.2 Efeito da natureza e do conteúdo do enchimento na resistência ao impacto dos

compósitos híbridos (H-0) 84
4.4 Mecanismo de Falha 84
4.4.1 Espécimes osso de cão (*dogbone*) 85
4.4.2 Compósitos híbridos reforçados por aditivos 86
4.5 Juntas coladas 91
4.5.1 Modos de falha 91
4.5.2 Efeito do tipo de aderente na performance da junta colada. 97
5. Conclusões 103
5.1 Trabalhos futuros 105
6. Referências 106

Lista de Figuras

Figura 1 – Componentes interiores do Mercedes E Class [5]. 3
Figura 2 – Tipos de falha comuns [6]. 6
Figura 3 – Junta colada [6]. 6
Figura 4 – Tensões em uma junta colada comparada com união por rebite [6]. 7
Figura 5 – Esquema de uma camada fraca [6]. 12
Figura 6 – Distribuição de tensões em uma junta de sobreposição simples (SLJ) [6]. 13
Figura 7 – Resistência de uma junta de sobreposição simples versus o comprimento de sobreposição [6]. 13
Figura 8 – Pontos de início e propagação de trincas em superfícies muito irregulares [6]. 14
Figura 9 – Tipos de juntas disponíveis [6]. 14
Figura 10 – Principais elos de uma junção adesiva [6]. 15
Figura 11 – Tipos de processos de adesão na fabricação de juntas coladas com substratos compósitos [7]. 16
Figura 12 – Tipos de falha possíveis em juntas coladas [8]. 17
Figura 13 – Falha adesiva [2]. 18
Figura 14 – Falha coesiva em junta de CFRP (compósito reforçado com fibra de carbono) [3]. 18
Figura 15 – Exemplo de falha coesiva de camada fina em junta de sisal/fibra de vidro [9]. 19
Figura 16 – Exemplo de falha por delaminação de junta de juta/fibra de vidro [9]. 19
Figura 17 – Exemplo de falha por delaminação leve de compósito reforçado por fibra de vidro (GFRP) [9]. 20
Figura 18 – Exemplo de falha por quebra do substrato em junta de juta pura [9]. 20
Figura 19 – Efeito do módulo do adesivo na distribuição de tensão ao longo da sobreposição [2]. 21
Figura 20 – Falha de aderente metálico em uma junta [2]. 22
Figura 21 – Falha interlaminar do compósito em uma junta adesiva [2]. 23
Figura 22 – Resistência de juntas coladas em função da espessura da camada adesiva, modificado [10]. 24
Figura 23 – Falha devido a deformação por cisalhamento do adesivo (esquerda) e devido a falha global (direita). τ_y é a tensão de cisalhamento na falha e γ_p é a deformação de cisalhamento plástica na falha [2]. 25
Figura 24 – Evolução dos materiais [13]. 26
Figura 25 – Exemplo de mapa de propriedades de Ashby [15]. 28
Figura 26 – Diagrama de Ashby para ligas de alumínio, berílio e alumina [15]. 28
Figura 27: Exemplos de tipos de reforço [12]. 30
Figura 28 – Classificação geral das fibras [16]. 30
Figura 29 – Exemplos de fibras sintéticas em tecido: a) Fibra de vidro, b) Fibra de carbono, c) Fibra de aramida, d) Fibra de carbeto de silício, e) Fibra de boro [16-18]. 32
Figura 30 – Esquema da estrutura da fibra natural [16]. 34
Figura 31 – Esquema de moléculas de celulose em uma fibra [16]. 35
Figura 32 – Estrutura molecular da celulose [16]. 35
Figura 33 – Esquema de tipos diferentes e NTCs: a) parede única, b) parede dupla e c) multi-parede [24]. 40
Figura 34 – Tipos de sonicadores: a) banho, b) sonda [32]. 42
Figura 35 – Exemplo de tipos de fabricação a molde aberto a) Hand lay-up, b) spray-up, c) filament winding [35-37]. 45
Figura 36 – Exemplos de tipos de fabricação a molde fechado a) Bolsa de vácuo, b) Infusão a vácuo, c) Transferência de resina (RTM), d) Moldagem por compressão, e) Pultrusão, f) Reinforced reaction injection molding (RRIM) [35, 38, 39]. 46

Figura 37 – Resina utilizada. 49
Figura 38 – Exemplo da configuração do reforço do compósito híbrido. 51
Figura 39 – Esquema da laminação manual. 52
Figura 40 – Exemplo de laminação manual. 53
Figura 41 – Prensa utilizada. 53
Figura 42 – Exemplo de laminação completa: a) laminação finalizada, b) fechamento do molde, c) molde na prensa. 53
Figura 43 – Exemplo de placas fabricadas. 54
Figura 44 – Exemplos de substratos cortados. 54
Figura 45 – Micrografia do nano TiO_2. 55
Figura 46 – Moinho de bolas utilizado. 55
Figura 47 – Bolas utilizadas. 56
Figura 48 – Montagem do moinho. 56
Figura 49 – Exemplo de aditivos naturais moídos a) curauá b) juta. 56
Figura 50 – Sonicador utilizado. 57
Figura 51 – Início da homogeneização manual entre aditivo e resina para o caso da juta. 58
Figura 52 – Solução no sonicador. 58
Figura 53 – Exemplos de solução homogeneizada final pronta para laminação a) juta b) TiO_2. 58
Figura 54 – Geometria do espécime dogbone utilizado (mm). 60
Figura 55 – Esquema da fabricação dos SLJs. 60
Figura 56 – Esquema de SLJ fabricada. 61
Figura 57 – Ferramentas utilizadas para a fabricação das juntas coladas: a) Adesivo estrutural e aplicador, b)molde de aço, c) espaçadores de aço, d) substratos, e) lixa 100, f) acetona P.A, g) luvas e ferramenta para homogeneização do adesivo. 62
Figura 58 – Homogeneização do adesivo. 62
Figura 59 – Início da fabricação dos SLJs. 63
Figura 60 – Adesivo aplicado em ambas as áreas de sobreposição. 64
Figura 61 – Montagem do molde. 64
Figura 62 – Montagem do molde terminada. 64
Figura 63 – Exemplo de SLJs fabricadas. 65
Figura 64 – Junta fabricada e com excesso de adesivo removido. 65
Figura 65 – Exemplo de ensaio de tração. 66
Figura 66 – Exemplo de ensaio de flexão. 67
Figura 67 – Máquina de impacto utilizada. 67
Figura 68 – Junta fabricada sendo ensaiada em tração. 68
Figura 69: Curvas representativas tensão-deformação dos materiais aderentes híbridos. 70
Figura 70 – Curvas representativas de tensão-deformação para a resina pura e resina 3% TiO_2. 71
Figura 71 – Curvas representativas de tensão-deformação de todos os grupos. 72
Figura 72 – Tensão de ruptura média dos compósitos em função dos aditivos. 72
Figura 73 – Médias do módulo de Young dos compósitos em função dos aditivos. 73
Figura 74 – Alongamento na ruptura para os compósitos em função dos aditivos. 73
Figura 75 – Curvas representativas de tensão de flexão-deformação para todos os casos. 78
Figura 76 – Energia de impacto média com desvio padrão para todos os grupos. 83
Figura 77 – Superfícies de falha ampliadas representativas: a) resina pura, b) resina + 3% TiO_2. 86
Figura 78 – Esquema do mecanismo de falha. 87
Figura 79 – Modos de falha representativos em tração: a) J-0, b) H-0, c) HT-1%, d) HV-1%, e) HJ-1%, f) HC-1%, g) HT-3%, h) HV-3%, i) HJ-3%, j) HC-3%. 88
Figura 80 – Modos de falha em flexão representativos: a) J-0, b) H-0, c) HV-3%, d) HJ-1%. 89

Figura 81 – Modos de falha de impacto representativos: a) J-0, b) H-0, c) HJ-1%. 91
Figura 82: Modos de falha representativos das juntas coladas: a) V2J5V2, b) V3J5V3, c) VIDRO, d) JUTA (vista de topo) e e) JUTA (vista lateral). 92
Figura 83: Imagem de microscópio representativa da falha do VIDRO. 93
Figura 84 – Vista aumentada de algumas áreas para o caso de duas camadas: a) LFT generalizado, b) delaminação generalizada e c) modo misto TLC/LFT. 94
Figura 85 – Vista aumentada de algumas áreas para o caso de três camadas: a) COH, b) COH/LFT e c) modo misto TLC/LFT. 96
Figura 86 – Esquema do caminho da trinca: a) caso 2 camadas, b) caso 3 camadas. 97
Figura 87 – Curvas representativas de força-deslocamento para os casos híbridos e exemplos de juntas puramente sintéticas e naturais. 98
Figura 88 – Força de ruptura média com desvio padrão para ambos os casos de 2 e 3 camadas de juntas coladas assim como os casos limites de juntas puramente sintéticas e naturais. 99
Figura 89 – Representação gráfica da força de ruptura média versus peso do aderente. 100

Lista de Tabelas

Tabela 1 – Propriedades das fibras sintéticas mais comuns [12]. 32
Tabela 2 – Propriedades químicas e físicas das fibras naturais [20]. 36
Tabela 3 – Características mecânicas da resina utilizada. 50
Tabela 4 – Propriedades mecânicas do adesivo estrutural utilizado. 50
Tabela 5 – Nomenclatura dos materiais compósitos em função dos aditivos. 59
Tabela 6: Dados trativos dos compósitos testados. 70
Tabela 7 – Dados trativos calculados para a resina pura e resina 3% TiO_2 71
Tabela 8 – Dados trativos dos compósitos em função dos aditivos. 74
Tabela 9 – Dados flexurais dos compósitos em função dos aditivos. 79
Tabela 10 – Dados quantitativos das juntas testadas. 99

1. Introdução

Adesivos têm sido utilizados por milênios e a vasta maioria teve sua origem em produtos naturais como ossos, peles, peixes, leite e plantas. Desde aproximadamente 1900 adesivos baseados em polímeros sintéticos têm sido introduzidos e hoje existem muitos usos industriais de adesivos e selantes. É difícil imaginar um produto tanto em casa como na indústria que não usa adesivos ou selantes de alguma forma.

É possível distinguir três estágios na formação de uma junta adesiva. Inicialmente o adesivo se encontra na forma pastosa/líquida de modo a poder ser facilmente espalhado sobre a superfície e molhar os aderentes apropriadamente de modo a criar uma interação molecular íntima entre as superfícies. Em seguida, para que o adesivo possa suportar as cargas de trabalho, ele precisa endurecer. É comum que o adesivo esteja inicialmente em forma de monômeros e é então polimerizado em uma forma polimérica de alto peso molecular. Finalmente, é necessário a compreensão de que a capacidade da junta colada de suportar cargas e sua subsequente durabilidade é fortemente afetada por vários fatores como o projeto da junta, a forma de aplicação das cargas e o ambiente de trabalho. Logo, para a obtenção de bons resultados com a tecnologia de adesão é necessário o conhecimento em várias ciências como química superficial, físico-química de polímeros, engenharia de materiais, engenharia mecânica, etc. [1]

Juntas adesivas são uma alternativa a junções mecânicas em aplicações de engenharia convencionais devido ao fato de proverem distribuição de tensões uniformes entre as superfícies coladas o que gera maior rigidez e transmissão de cargas mais eficiente reduzindo peso e custo. Além disto, devido à natureza polimérica do adesivo, ele permite que a junta tenha boas características de amortecimento aumentando assim a resistência a fadiga. Adesivos podem unir materiais diferentes pois a sua flexibilidade absorve a diferença de coeficiente de expansão térmica. Eles também colam placas finas com altíssima eficiência, sendo este um dos maiores usos deles. Outra vantagem do uso de adesivos é o acabamento superficial que é muito bom e evita furos e marcas de solda. O processo pode ser automatizado e o projeto de junta é altamente flexível podendo unir uma grande gama de materiais diferentes [2].

Esta pesquisa utiliza esta grande flexibilidade a seu favor de modo a aplicar materiais compósitos novos reforçados por fibras sintéticas e naturais.

1.1 Motivação

Hoje em dia as pressões internacionais para diminuição de emissões de gases causadores do efeito de aquecimento global vêm aumentando cada vez mais. Projetistas de variadas indústrias demonstram esforço contínuo para a diminuição de peso, custo e consumo energético com a menor diminuição em características estruturais de projeto possíveis. Juntas adesivas apresentam a flexibilidade de projeto necessária para a aplicação de materiais novos em junções de materiais dissimilares como por exemplo, compósitos reforçados por fibras e metais. Ao mesmo tempo este tipo de união apresenta muitas vantagens como as discutidas previamente mas também apresenta certas desvantagens que serão discutidas em detalhe mais a frente neste trabalho [3].

A utilização de fibras de origem natural em materiais compósitos vem sendo utilizada industrialmente desde os anos 90 e vem sendo estudada desde então. Aplicações são variadas porém o uso em interiores de automóveis está entre um dos mais interessantes [4]. A Fig. 1 mostra um exemplo do uso de compósitos reforçados com fibras naturais em interiores [5].



Figura 1 – Componentes interiores do Mercedes E Class [5].

1.2 Objetivo

O objetivo geral deste trabalho é avaliar o comportamento e a resistência mecânica de juntas coladas de materiais compósitos híbridos reforçados por fibras naturais e sintéticas assim como investigar o efeito de reforços particulados.

Objetivos específicos podem ser divididos em:

1. Investigar experimentalmente juntas adesivas de sobreposição simples (SLJ) feitas de compósitos poliméricos híbridos reforçados com fibras naturais/sintéticas interlaminares. O efeito do número de camadas sintéticas interlaminares necessárias para corresponder à eficiência da junta totalmente sintética foi estudado. SLJs colados com um adesivo estrutural moderno e resistente usado na indústria automotiva foram testados.
2. Investigar o efeito da hibridização através de reforço multi-escala sintético e natural nas propriedades mecânicas de compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais.

1.3 Metodologia

A metodologia do presente trabalho constituiu primeiramente extensiva revisão bibliográfica em relação aos conhecimentos e tecnologias envolvidos na aplicação de adesivos estruturais em juntas coladas, assim como em compósitos reforçados por fibras naturais, sintéticas e híbridos. Posteriormente, a pesquisa bibliográfica se tornou mais focada em juntas adesivas de compósitos híbridos.

A segunda etapa compôs a seleção de substratos, adesivos, testes e seus respectivos parâmetros utilizados.

A terceira etapa foi caracterizada pela fabricação dos substratos de materiais compósitos híbridos e sua subsequente caracterização mecânica (tração, flexão e impacto).

A quarta etapa consistiu na fabricação de juntas coladas de sobreposição simples (SLJ).

A quinta etapa designou os ensaios de tração das juntas coladas fabricadas.

A sexta etapa constitui a análise dos dados obtidos experimentalmente.

1.4 Organização do Trabalho

Este trabalho encontra-se dividido em 5 capítulos.

O Capítulo 1 trata da introdução, motivação, objetivos, metodologia e organização da dissertação.

O Capítulo 2 aborda a revisão bibliográfica acerca de adesivos, juntas coladas, materiais compósitos reforçados por fibras sintéticas, naturais e híbridos.

O Capítulo 3 apresenta os materiais selecionados assim como o maquinário e métodos experimentais utilizados nos ensaios.

O Capítulo 4 apresenta os resultados experimentais representados através de gráficos e tabelas e fotos assim como sua discussão

O Capítulo 5 descreve as conclusões obtidas e subsequente pesquisa aconselhada.

2. Revisão Bibliográfica

2.1 Adesivos

Adesivos têm sido usados por muitos séculos. Porém, este método de união somente evoluiu de modo significativo nos últimos 70 anos. A razão principal se deve ao fato de adesivos utilizados em aplicações tecnológicas avançadas são baseados em polímeros sintéticos desenvolvidos principalmente a partir dos meados dos anos 1940. De acordo com Kinloch, um adesivo pode ser definido como um material que quando aplicado sobre superfícies de outros materiais pode uni-los e resistir separação.

Um adesivo estrutural é definido como sendo um adesivo que pode resistir cargas substanciais e é responsável pela resistência e rigidez da estrutura. A força de cisalhamento pode variar entre 5 MPa para um poliuretano e 50 MPa para um epóxi.

Os materiais a serem unidos são chamados de substratos. Porém, após a adesão eles são geralmente chamados de aderentes. O fenômeno da adesão é definido como a atração entre substâncias resultante de interações intermoleculares entre elas. Este conceito difere da coesão que envolve somente as forças intermoleculares dentro da substância. As forças intermoleculares responsáveis pela adesão e coesão são principalmente do tipo van der Waals. Fenômenos mecânicos, de difusão e elétricos podem ocorrer também na adesão.

Existem vários tipos de falha possíveis relativos a superfícies coladas. Estes serão discutidos mais profundamente em seções subsequentes, porém, vale ressaltar que os mais comuns são falhas coesivas, adesivas ou uma mistura dos dois. A Fig. 2 mostra os tipos de falha mais comuns.

A região entre adesivo e aderente é denominada interfase. A interfase tem propriedades físico-químicas diferentes das do corpo principal de ambos adesivos e aderentes. A natureza da interfase é de importância crítica para a determinação das características mecânicas da união adesiva.

A interface, diferentemente da interfase, é um plano de contato entre as superfícies dos materiais. Ela está dentro da interfase. Ela é útil na definição e medida da energia superficial. A interface também é definida como camada limite. Dentro da interfase

podem existir várias interfaces entre materiais distintos entre adesivo e aderente.

O primário é uma substância que pode ser aplicada sobre o substrato de modo a melhorar a adesão ou para proteger as superfícies até a aplicação do adesivo.

Finalmente, uma junta colada é formada pelo conjunto total de aderentes, adesivos, primário (se presente), interfases e interfaces relacionadas como mostrada na Fig. 3 [2].

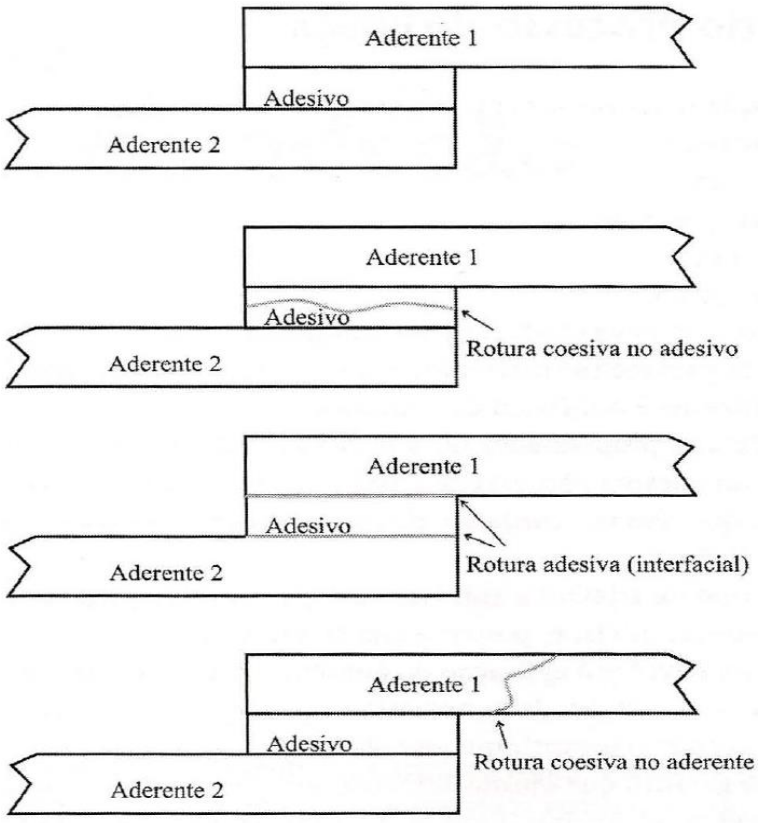


Figura 2 – Tipos de falha comuns [6].

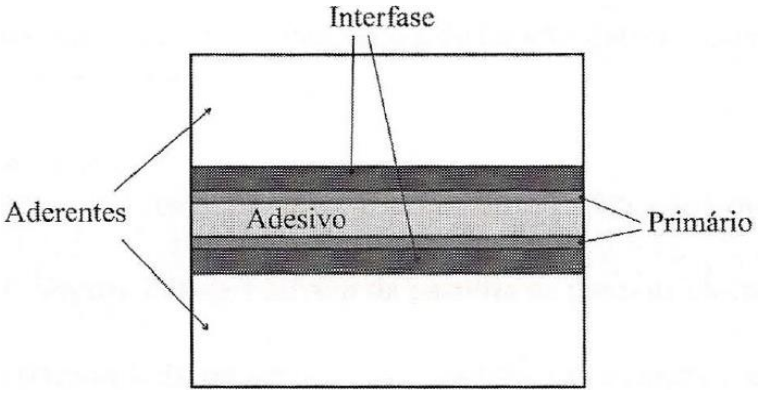


Figura 3 – Junta colada [6].

2.2 Vantagens e Desvantagens

As principais vantagens obtidas com união por adesão são:

1. Distribuição mais uniforme de tensões, Fig. 4. Isto permite uma maior rigidez e transmissão de cargas o que leva a um menor peso e consequentemente custo.
2. Amortecimento de vibrações, o que permite que tensões sejam parcialmente absorvidas, aumentando assim a resistência a fadiga.
3. Ligação de chapas finas muito eficiente.
4. Possibilidade de unir materiais diferentes em composição pois a flexibilidade do adesivo absorve as diferenças de coeficiente de expansão térmica.
5. Possibilidade de automação do processo.
6. Flexibilidade de projeto.
7. Estruturas com contornos regulares evitando furos e marcas de solda.
8. Geram contato contínuo entre superfícies.
9. Podem levar a redução de custos [6].

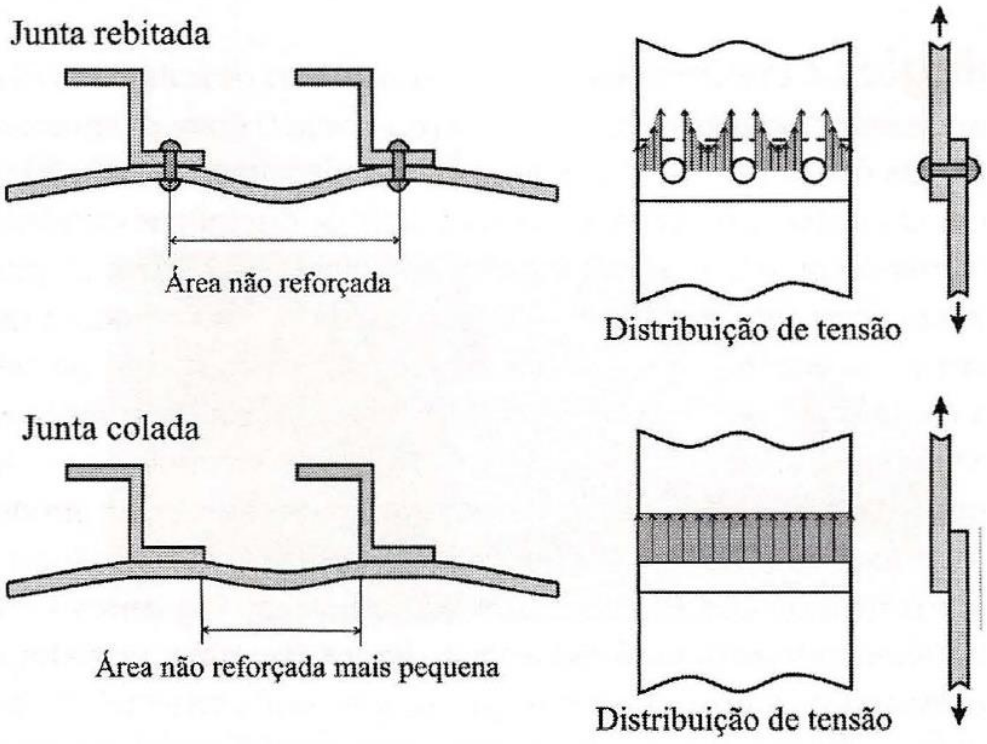


Figura 4 – Tensões em uma junta colada comparada com união por rebite [6].

As principais desvantagens obtidas com união por adesão são:

1. É vital que o projeto da junta elimine ao máximo tensões de arrancamento (inimigo principal), clivagem e impacto.
2. É necessário o projeto em geometrias que evitem concentrações de tensões. O melhor caso é o cisalhamento puro.
3. Apresentam resistência limitada a condições ambientais extremas como calor e umidade devido à natureza polimérica do adesivo.
4. A ligação normalmente não é realizada instantaneamente o que gera a necessidade de equipamentos de fixação o que pode levar a uma grande desvantagem econômica.
5. A preparação da superfície é essencial, sendo necessária brasão mecânica, limpeza com solvente, ataque químico, primários etc.
6. Adesivos são normalmente curados a altas temperaturas, logo é necessário equipamentos extras como fornos e prensas.
7. Controle de qualidade e segurança difíceis.
8. Não existe nenhum critério de dimensionamento universal que possa ser aplicado no projeto de qualquer estrutura. Existem muitos que funcionam bem para aplicações específicas;
9. Resistência inferior a junções mecânicas clássicas [6].

2.3 Classificação dos Adesivos

A classificação dos adesivos pode seguir vários critérios diferentes. O primeiro e mais abrangente destes lida com a distinção entre adesivos naturais e sintéticos. Os adesivos naturais são fabricados através de fontes disponíveis na natureza como subprodutos animais ou agrícolas. Os sintéticos, por sua vez, são fabricados por materiais desenvolvidos pelo homem, como os polímeros [6].

Esta classificação é muito abrangente, logo, se tornou necessário subdivisões mais específicas. Temos então alguns critérios utilizados pela indústria para a classificação de adesivos como os seguintes:

- Função;
- Composição química;
- Modo de aplicação ou reação;
- Forma física;
- Custo;
- Aplicação.

Os tópicos seguintes abordarão os dois primeiros processos de seleção devido a sua importância superior.

2.3.1 Função

Em relação a função os adesivos podem ser classificados como estruturais ou não-estruturais. Adesivos estruturais são comumente definidos como tendo resistências ao corte superiores a 5-10 MPa e uma resistência a condições ambientais normais elevada. É esperado de um adesivo estrutural a capacidade de suportar cargas de modo a manter estruturas unidas sem grande deformação [2, 6].

Adesivos não estruturais, por sua vez, não resistem a altas cargas ou possuem alta resistência a condições ambientais normais. São utilizados mais comumente para união de estruturas leves e não resistem a exposição ambiental prolongada. É comum a aplicação destes adesivos juntamente com uniões mecânicas. Neste caso, a união adesiva é considerada secundária, porém, ainda leva boas vantagens como amortecimento de vibrações, vedação e diminuição do número de uniões mecânicas necessárias. [2, 6].

Os adesivos estruturais são divididos nas seguintes famílias:

- Acrílicos;
- Epóxis;
- Fenólicos;
- Poliuretanos;
- Poliamidas.

2.3.2 Composição química

Esta classificação divide os adesivos em termoendurecíveis, termoplásticos, elastômeros e híbridos segundo a sua composição química.

2.3.2.1 Adesivos termoendurecíveis

Consistem em materiais que não podem sofrer altas temperaturas por tempo elevado após sua cura inicial, pois não irão fundir. Ele pode ser amolecido pós cura inicial até certo ponto, porém, não retornará ao estado inicial. Estes adesivos, por curarem através de processos químicos irreversíveis, caso sejam aquecidos a temperaturas elevadas por longo tempo apresentarão degradação de sua estrutura por oxidação e quebra molecular. A cura pode ocorrer com a ajuda de temperaturas elevadas ou a temperatura ambiente. O processo de cura modifica a estrutura molecular de monômeros lineares para polímeros tridimensionais rígidos (reticulação) [6].

2.3.2.2 Adesivos termoplásticos

Consistem em polímeros sólidos que fundem com a aplicação de temperaturas altas. Diferem dos termoendurecíveis no fato de que eles não curam ou endurecem com a presença de calor. Geralmente trata-se de um polímero sólido que se funde quando exposto ao calor. Isto se deve ao fato deles não exibirem o comportamento de reticulação, de fato, o adesivo é fundido e aplicado sobre as superfícies que se desejam colar e pela perda de calor a cura e o processo de adesão ocorre.

O número de ciclos de reutilização deste adesivo é limitado, pois após um certo número de ciclos de fusão e solidificação as características mecânicas são afetadas negativamente [6].

2.3.2.3 Adesivos elastoméricos

Os adesivos elastoméricos possuem classificação única devido a suas características reológicas. Consistem em polímeros de origem natural ou sintética possuindo grande tenacidade e capacidade de deformação elástica quando submetidos a carregamentos trativos e compressivos. Apresentam aplicabilidade boa em casos de juntas submetidas a carregamentos não-uniformes devido a sua capacidade de absorção energética alta.

Podem ser classificados tanto como termoendurecíveis como termoplásticos, sendo os termoendurecíveis utilizados como estruturais. Apresentam em geral alta tenacidade, baixo módulo de elasticidade e alta deformação. Logo, tem boa aplicabilidade em casos onde os aderentes possuem coeficientes de expansão térmica diferentes ou amortecimento e vedação é uma prioridade [6].

2.3.2.4 Adesivos híbridos

Esta classe é obtida através da combinação dos outros três tipos de adesivos previamente descritos. O objetivo desta combinação é a exploração das melhores características de cada grupo. Várias possibilidades existem dependendo de cada aplicação, como aumento de tenacidade em resinas muito frágeis e rígidas ou a inserção de fases elastoméricas no adesivo para aumentar a tenacidade do mesmo [6].

2.4 Defeitos em Juntas Coladas

Após ensaios em juntas coladas observa-se divergência significativa nas previsões teóricas e os resultados experimentais [6]. São descritos três justificativas principais para tal que serão discutidas a seguir.

2.4.1 Camada fraca

A primeira causa é chamada de camada fraca (*weak boundary layer*). Este conceito foi introduzido primeiramente por Bikerman nos anos 1960. Ele sugeriu que a ideia de que ambas as fases em contato são perfeitamente isotrópicas e de composição uniforme até a fronteira é incorreta, Fig. 5. Materiais reais possuem na verdade propriedades diferentes na superfície e internamente o que geram camadas fracas devido a alguns fatores:

i. Inclusão de ar ou outros gases na região ligada;
ii. Formação de camada de óxidos fracos ao material adjacente;
iii. Concentração de certos constituintes na superfície em pequenas proporções como plastificantes, antioxidantes, diluentes, etc. [6].

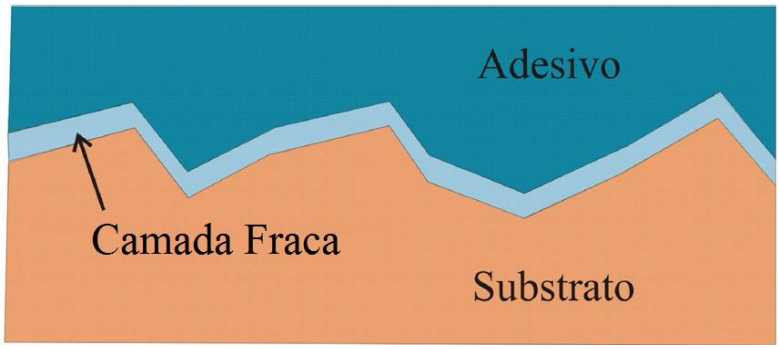


Figura 5 – Esquema de uma camada fraca [6].

2.4.2 Concentração de tensões

A segunda causa da diferença de valores teóricos e experimentais se encontra no fenômeno da concentração de tensões. A distribuição das tensões em uma junta colada não é uniforme, o que leva a concentrações de tensões nas suas extremidades, Fig. 6.

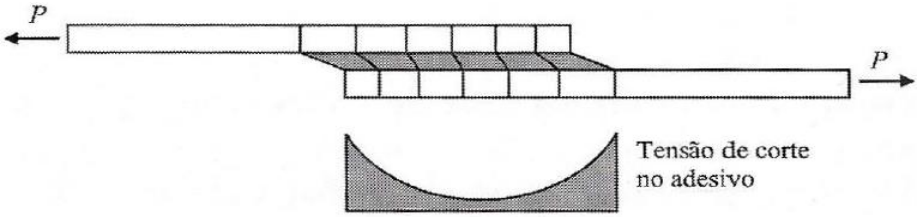


Figura 6 – Distribuição de tensões em uma junta de sobreposição simples (SLJ) [6].

Isto é responsável por um limite de comprimento de sobreposição, onde um aumento deste não levará a um aumento significativo da resistência da junta, Fig. 7 [6].



Figura 7 – Resistência de uma junta de sobreposição simples versus o comprimento de sobreposição [6].

2.4.3 Irregularidades de superfície

A terceira causa é que em todos materiais, a existência de irregularidades superficiais gera pontos favoráveis ao aparecimento e propagação de trincas. Isto de acordo com as teorias de Griffith e Irwin para materiais frágeis e tenazes respectivamente. Eles demonstraram que existe um tamanho crítico para a trinca a partir do qual ela se propaga rapidamente levando a falha catastrófica. As discrepâncias entre valores teóricos e experimentais pode ser atribuída a defeitos, vazios e outras irregularidades, Fig. 8, que podem levar a concentrações de tensões durante o carregamento mecânico [6].

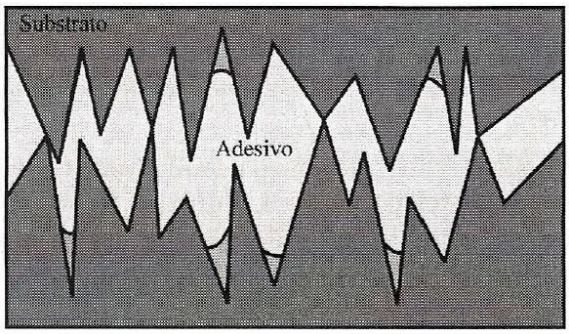


Figura 8 – Pontos de início e propagação de trincas em superfícies muito irregulares [6].

2.5 Tipos de Juntas

As juntas coladas podem ter variadas configurações. Os fatores que influenciam a decisão da geometria são muitos, tensões, intensidade das cargas aplicadas, modo de fabricação etc.

Os formatos das juntas evoluíram junto os modelos teóricos para minimizar as tensões concentradas e melhorar a uniformidade das tensões na área colada, porém, devido ao elevado custo de fabricação de projetos mais avançados os formatos mais simples como as SLJs continuam sendo utilizados. A Fig. 9 mostra os diversos tipos de junta colada disponíveis [6].

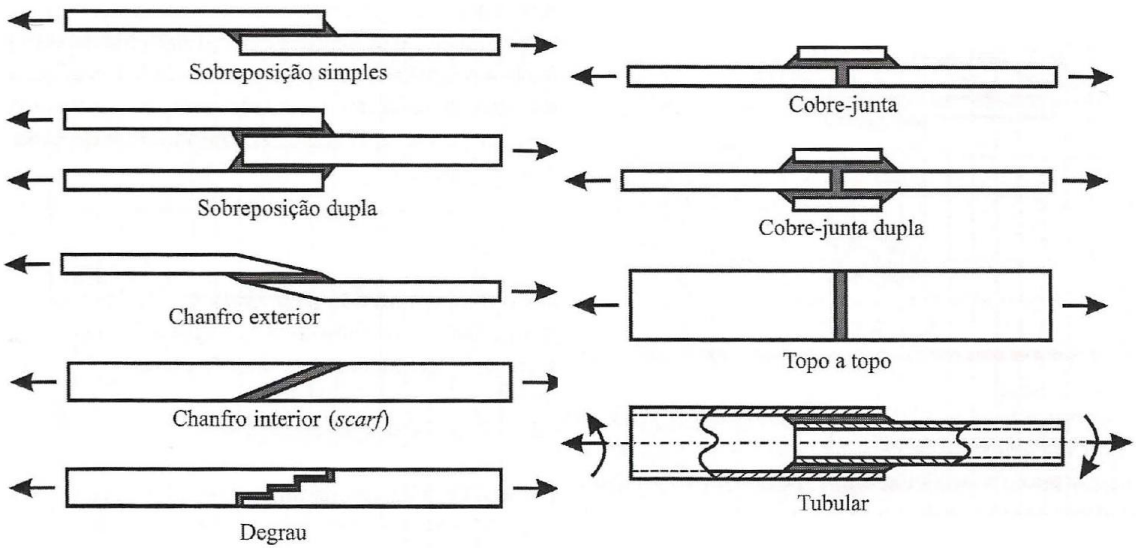


Figura 9 – Tipos de juntas disponíveis [6].

2.6 Preparo da Superfície

O preparo superficial é uma das etapas mais importantes do processo de fabricação de uma junta colada. Ele deve ser feito com muito cuidado pois pode facilmente ser a cause de falhas adesivas e baixa resistência. Estes tratamentos são quase sempre necessários tanto para a melhoria de molhagem e remoção de substâncias indesejáveis quanto para um equilíbrio entre os parâmetros relevantes das teorias principais da adesão.

Tratamentos mecânicos e químicos abrasivos são utilizados com o fim de obter uma superfície livre de óleos, gorduras, agentes desmoldantes assim como a remoção de camada fraca superficial e melhoria no ancoramento mecânico.

Idealisticamente, o elo mais fraco da uma junta adesiva seria o substrato, porém, isto não reflete a maioria dos casos práticos. A Fig. 10 mostra os principais elos de uma junção adesiva [6].

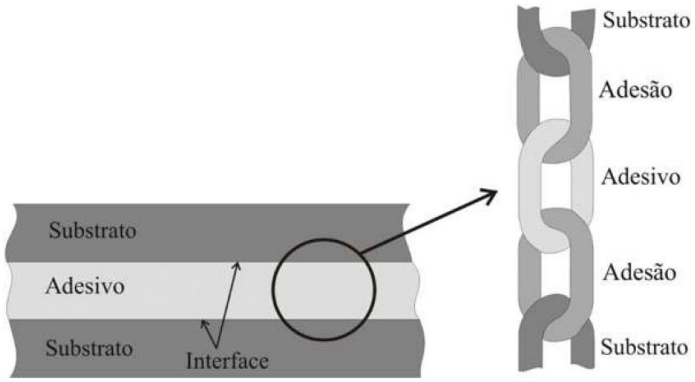


Figura 10 – Principais elos de uma junção adesiva [6].

2.7 Processo de adesão

O processo de adesão é um dos aspectos relevantes na manufatura de uma junta colada. A maioria dos parâmetros como o processo de falha, o modo de falha e a resistência da junta são todos influenciados pelo processo de adesão. Existem três tipos principais de processos de adesão na fabricação de juntas coladas com substratos

compósitos: co-cura, co-adesão e adesão secundária. A Fig. 11 mostra estes processos.

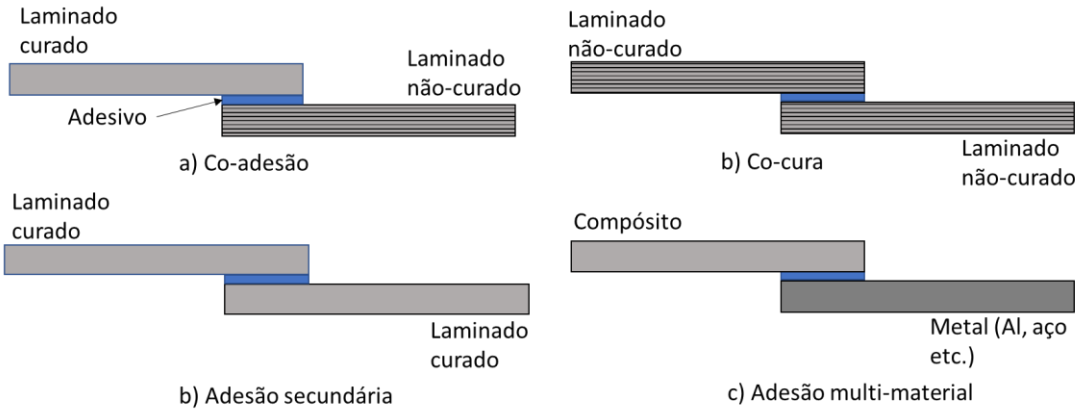


Figura 11 – Tipos de processos de adesão na fabricação de juntas coladas com substratos compósitos [7].

O processo de co-adesão é quando um aderente é curado com o adesivo enquanto no processo de co-cura ambas as partes (aderentes e adesivo) curam simultaneamente. A adesão secundária se dá com a cura do adesivo entre substratos já curados. A adesão multimaterial ocorre entre substratos compósitos e metálicos e é a mesma da adesão secundária. Os processos de co-cura e co-adesão são normalmente preferidos já que o número de peças e ciclos de cura são reduzidos. Porém, para peças grandes e complexas o processo de adesão secundária é preferido [7].

2.8 Modos de Ruptura

De acordo com a norma ASTM D 5573 [8] existem vários tipos de falhas possíveis em juntas coladas, Fig. 12. Quando os substratos são metálicos as falhas mais comuns são as coesivas, adesivas e misto dos dois [3]. Porém, para materiais compósitos reforçados por fibras todas as falhas previstas na norma e situações mistas podem ocorrer. As próximas seções discutirão os tipos de falhas definidas pela norma relevantes a este trabalho.

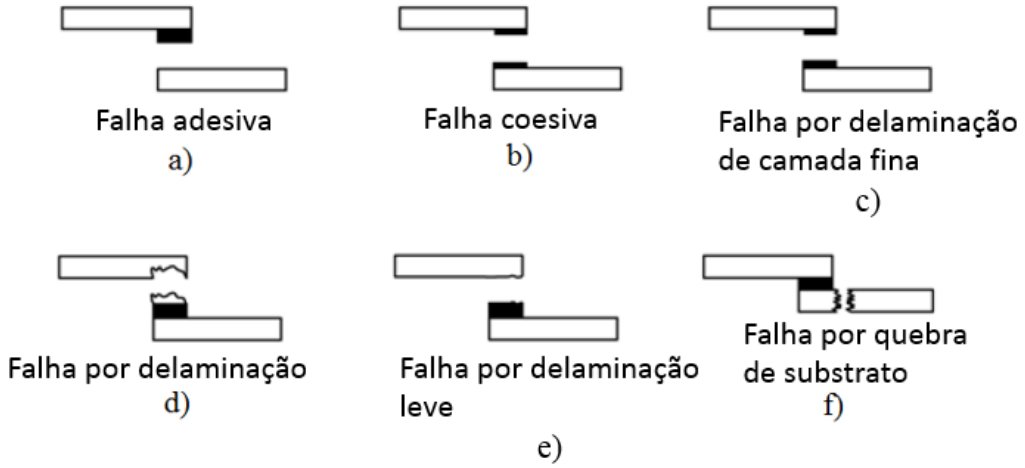


Figura 12 – Tipos de falha possíveis em juntas coladas [8].

Também é relevante o fato desta norma definir acrônimos para cada tipo de falha, como segue:

- ADH (ou A) - Falha adesiva (*adhesive failure*);
- COH (ou C) - Falha coesiva (*cohesive failure*);
- TLC - Falha coesiva de camada fraca ou falha da interfase (*thin-layer cohesive failure* ou *interfase failure*);
- FT - Falha por delaminação (*fiber-tear failure*);
- LFT - Falha por delaminação leve (*light-fiber-tear failure*);
- SB – Falha por quebra do substrato (*stock-break failure*).

2.8.1 Falha adesiva

Esta falha ocorre devido a má preparação superficial o que leva a inclusão de impurezas na interface como gorduras, agentes desmoldantes e plastificantes, camadas fracas etc. A observação desta falha se dá a olho nú, onde após teste a superfície do substrato tem uma aparência brilhosa e não há evidência da presença de adesivo transferido. A Fig. 13 mostra um exemplo deste tipo de falha [2, 8].

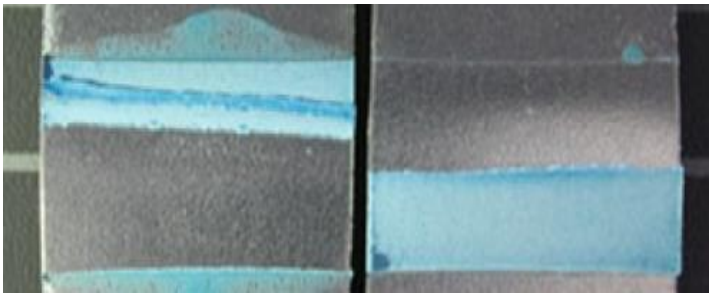


Figura 13 – Falha adesiva [2].

2.8.2 Falha coesiva

A falha coesiva é definida como a falha que ocorre dentro da estrutura molecular em questão, seja ela adesivo ou substrato. A separação é claramente no adesivo, evidenciada por camada adesiva uniforme em ambas superfícies dos substratos [8]. A Fig. 14 mostra um exemplo.



Figura 14 – Falha coesiva em junta de CFRP (compósito reforçado com fibra de carbono) [3].

2.8.3 Falha coesiva de camada fina

Similar a falha coesiva, porém, ocorre muito próximo a interface adesivo/substrato de um dos substratos o que gera uma camada de adesivo espessa de um dos lados e uma

quantidade de adesivo muito pequena ‘salpicada’ do outro lado [8]. A Fig. 15 mostra um exemplo desta falha.

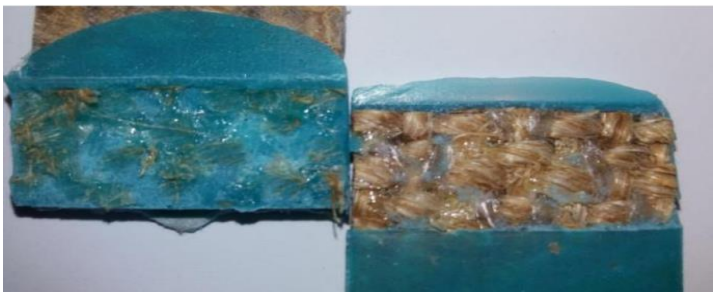


Figura 15 – Exemplo de falha coesiva de camada fina em junta de sisal/fibra de vidro [9].

2.8.4 Falha por delaminação

Falha caracterizada pela ruptura exclusiva da matriz do material compósito reforçado de modo que se tornem visíveis as fibras de reforço [8]. Esta falha é muito comum em juntas coladas com materiais compósitos reforçados. A Fig. 16 mostra um exemplo.



Figura 16 – Exemplo de falha por delaminação de junta de juta/fibra de vidro [9].

2.8.5 Falha por delaminação leve

Esta falha é caracterizada pela ruptura superficial da resina na interface substrato/adesivo acompanhada de algumas fibras superficiais [8]. Nota-se com o exemplo da fibra de vidro, Fig. 17, que não é possível ver as direções da manta bidirecional, somente fibras superficiais delaminadas.



Figura 17 – Exemplo de falha por delaminação leve de compósito reforçado por fibra de vidro (GFRP) [9].

2.8.6 Falha por quebra de substrato

Esta falha é caracterizada pela quebra do substrato devido a propagação de trinta perto da camada adesiva [8]. Esta falha indica que o material da camada adesiva é mais resistente que o substrato e seria o caso idealizado de uma junção adesiva. A Fig. 18 mostra um exemplo.



Figura 18 – Exemplo de falha por quebra do substrato em junta de juta pura [9].

2.9 Propriedades do adesivo

É muito importante distinguir resistência do adesivo e resistência da junta. A resistência da junta pode não aumentar com a utilização de um adesivo mais resistente. A resistência da junta depende da resistência do adesivo assim como da sua ductilidade e rigidez. Adesivos com alta ductilidade e flexibilidade geralmente possuem resistência baixa. Porém, quando utilizados em juntas coladas, a sua habilidade de distribuir a tensão uniformemente através da área de sobreposição (baixa rigidez) e deformar plasticamente, pode resultar em uma resistência final da junta muito superior em comparação com adesivos resistentes, mas menos dúcteis. Um adesivo de baixo módulo gera uma distribuição de tensão mais uniforme em comparação com um adesivo rígido quando existe concentração de tensão nos cantos da sobreposição, Fig. 19.

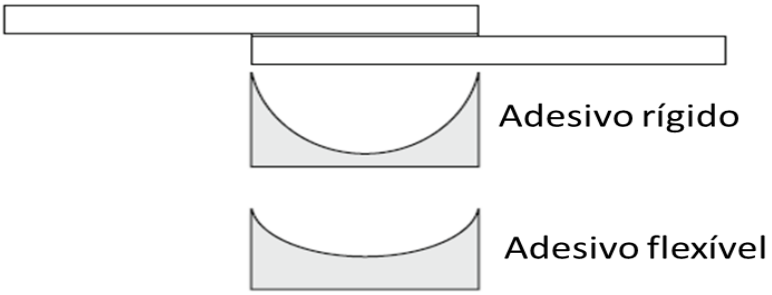


Figura 19 – Efeito do módulo do adesivo na distribuição de tensão ao longo da sobreposição [2].

Um adesivo dúctil é capaz de redistribuir a carga de modo a utilizar as áreas menos tensionadas da sobreposição, já um adesivo frágil concentra a tensão nos cantos da sobreposição gerando uma tensão de cisalhamento média baixa. O ideal seria um adesivo resistente, flexível e dúctil, porém, na realidade, os adesivos ou são resistentes e frágeis ou fracos e dúcteis. É recomendada a utilização de adesivos dúcteis, porém isto também é uma função da sobreposição. Adesivos dúcteis também são mais resistentes a propagação de trincas do que adesivos frágeis, gerando alta tenacidade assim como a resistência a fadiga é geralmente menor para adesivos frágeis [2].

2.10 Propriedades do aderente

As propriedades do aderente também têm um impacto significativo na performance da junta. Os parâmetros mais importantes são o módulo e resistência. Quanto maior for o módulo menor será a deformação do aderente nos limites da sobreposição, onde a transferência de carga ocorre e menor será o efeito na deformação diferencial do adesivo. A resistência do aderente também é um fator essencial e pode explicar muitas falhas de juntas. No caso de aderentes metálicos, a deformação do aderente leva a uma falha prematura da junta. Ao aumentar a carga sobre a junta, a tensão imposta nos limites da sobreposição aumenta. Quando a tensão chega ao limite de falha do aço, grandes deformações plásticas ocorrem, gerando uma deformação característica, Fig. 20. Embora as tensões sejam limitadas, as deformações associadas na deformação plástica são grandes. Como a deformação adesiva máxima é limitada, o adesivo falha quando ela é excedida. Em outras palavras, a falha da junta é controlada pela falha do aderente.

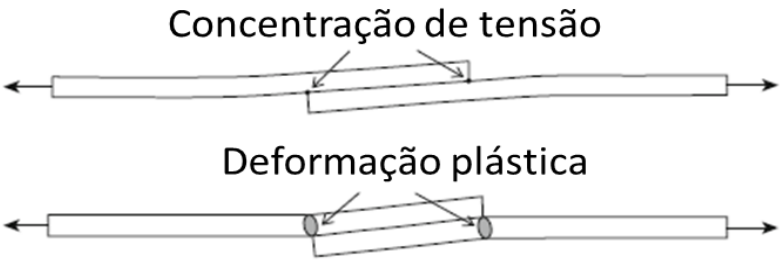


Figura 20 – Falha de aderente metálico em uma junta [2].

No caso de aderentes compósitos laminados, é recomendado que as camadas exteriores tenham a orientação das fibras na direção paralela a direção de carregamento para evitar falhas intralaminares. Um dos problemas principais é a baixa resistência transversal (na direção da espessura) dos compósitos que é da mesma ordem ou menor que a resistência a tração dos adesivos. Isto representa um grande problema para juntas coladas com aderentes compósitos que tendem a falhar de uma maneira intralaminar devido a grandes tensões de arrancamento nos limites da sobreposição, Fig. 21 [2].

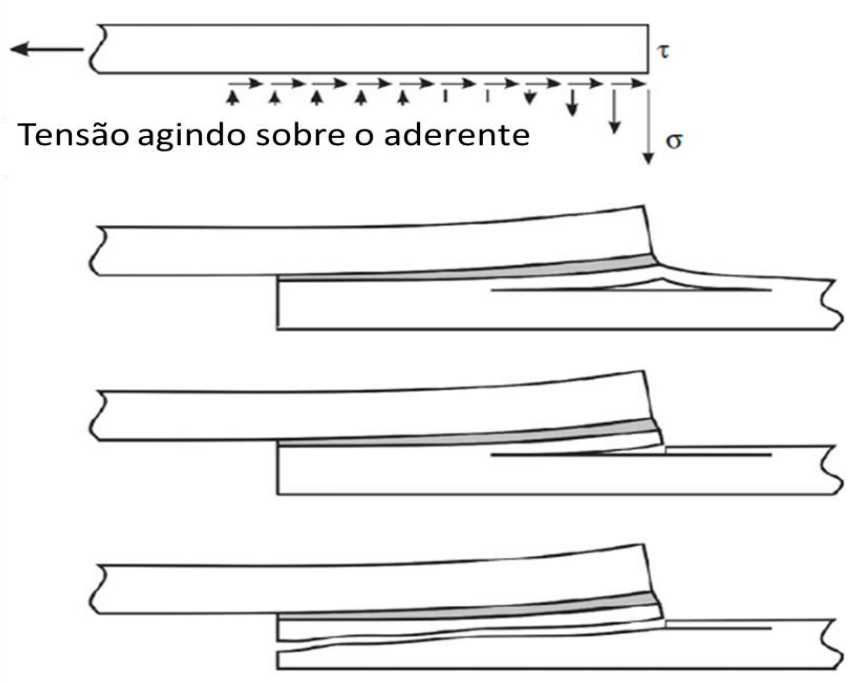


Figura 21 – Falha interlaminar do compósito em uma junta adesiva [2].

O uso de aderentes dissimilares diminui a resistência da junta devido a distribuição de tensão não uniforme. Para reduzir este problema, a junta deve ser projetada de modo a equilibrar a rigidez longitudinal dos aderentes de modo que $E_1t_1=E_2t_2$, onde E é o módulo longitudinal e t a espessura e os índices (1,2) se referem aos aderentes [2].

2.11 Espessura da camada adesiva

O efeito da espessura da camada adesiva em juntas de sobreposição simples é bem documentado na literatura. A maioria dos resultados para adesivos estruturais mostra que resistência da junta diminui com o aumento da espessura da camada adesiva. Resultados experimentais mostram que uma faixa ótima de resistência de juntas coladas ocorre na faixa de 0,1 a 0,2 mm, Fig. 22. Porém, os modelos analíticos clássicos como Volkersen (1938) e Goland & Reissner (1944) preveem o oposto. Existem muitas teorias que tentam explicar isto, porém, até hoje este resultado é controverso. Uma das possíveis explicações mais aceitas é que um aumento na espessura da camada adesiva aumenta a chance de imperfeições internas como vazios e microtrincas.

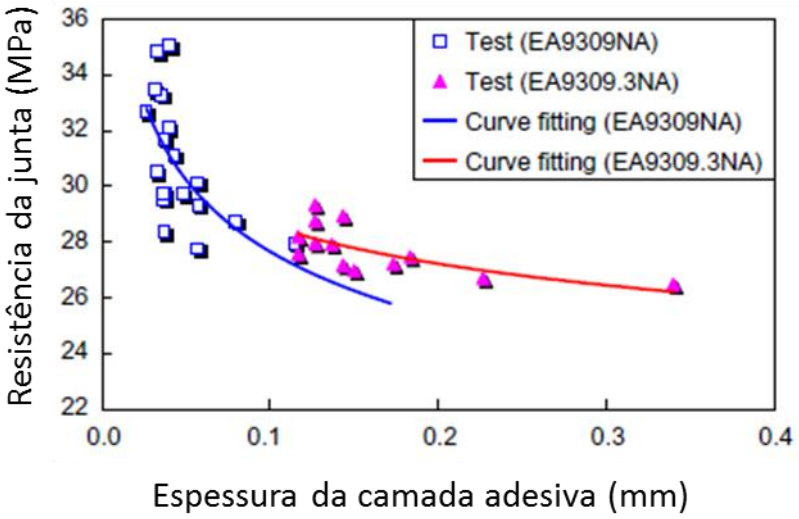


Figura 22 – Resistência de juntas coladas em função da espessura da camada adesiva, modificado [10].

2.12 Comprimento de sobreposição

O aumento no comprimento de sobreposição aumenta a resistência proporcionalmente. Porém, o efeito da sobreposição depende no tipo de adesivo (dúctil ou frágil) e na resistência do adesivo. Três casos são considerados: aderentes elásticos (ex: aço duro) e adesivo dúctil, aderente elástico e adesivo frágil e aderentes que falham. Para o caso de aderentes elásticos e adesivos dúcteis (por volta de 20% de deformação na falha ou acima), a resistência é aproximadamente proporcional a sobreposição. Isso ocorre devido a capacidade dos adesivos dúcteis de deformar plasticamente, redistribuir a tensão ao passo que a carga aumenta e utilizar toda a área de sobreposição. Neste caso, o critério de falha é a falha global do adesivo. Para adesivos com ductilidade intermediária, o adesivo falha devido a deformação no limite da sobreposição chega ao limite de deformação na falha, Fig. 23. Para adesivos elásticos e frágeis, a resistência da junta não é proporcional a sobreposição e um platô é atingido. Isto é devido ao fato de a tensão estar concentrada nos limites da sobreposição, e um comprimento de sobreposição

maior não altera a distribuição de tensão no comprimento de sobreposição. Para aderentes que falham. A falha da junta é controlada pela falha do aderente e novamente, um platô é atingido [2].

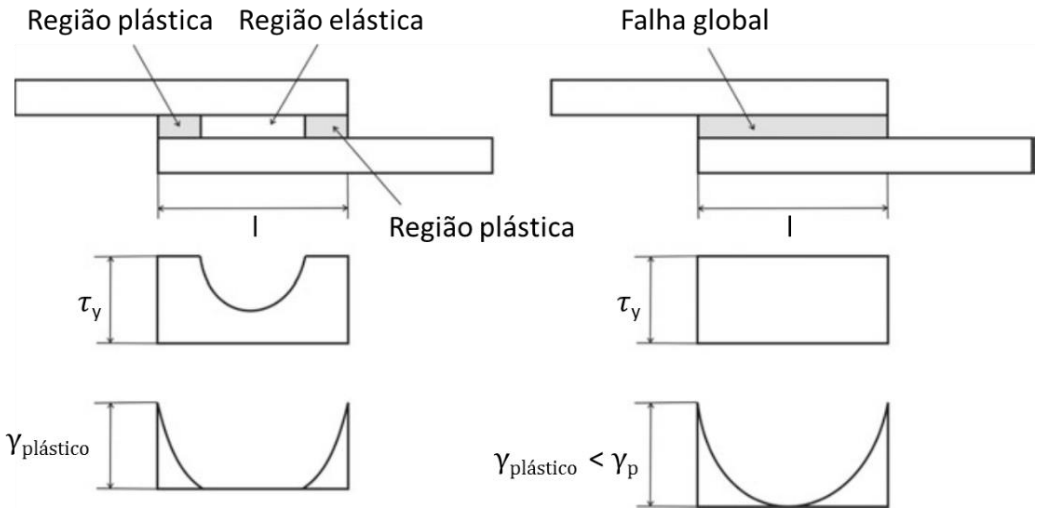


Figura 23 – Falha devido a deformação por cisalhamento do adesivo (esquerda) e devido a falha global (direita). τ_y é a tensão de cisalhamento na falha e γ_p é a deformação de cisalhamento plástica na falha [2].

2.13 Compósitos

A evolução dos materiais utilizados pela humanidade foi inicialmente lenta como poderia se esperar, porém a presença de materiais compósitos se observa desde a idade da pedra, Fig. 24.

Muitos materiais são efetivamente compósitos. Isto é particularmente verdade em relação a materiais biológicos naturais que são frequentemente compostos de no mínimo dois constituintes. Em muitos casos um componente resistente e rígido está presente, frequentemente com formato alongado inserido em um componente de rigidez inferior chamado de matriz [11].

Como o termo ‘material compósito’ indica, ele é diferente de materiais macroscopicamente homogêneos convencionais. Um material compósito é definido de modo abrangente como contendo fibras resistentes, contínuas ou não, inseridas em um

material menos resistente ou matriz. A matriz mantêm as fibras organizadas e transfere as cargas aplicadas ao componente compósito [12].

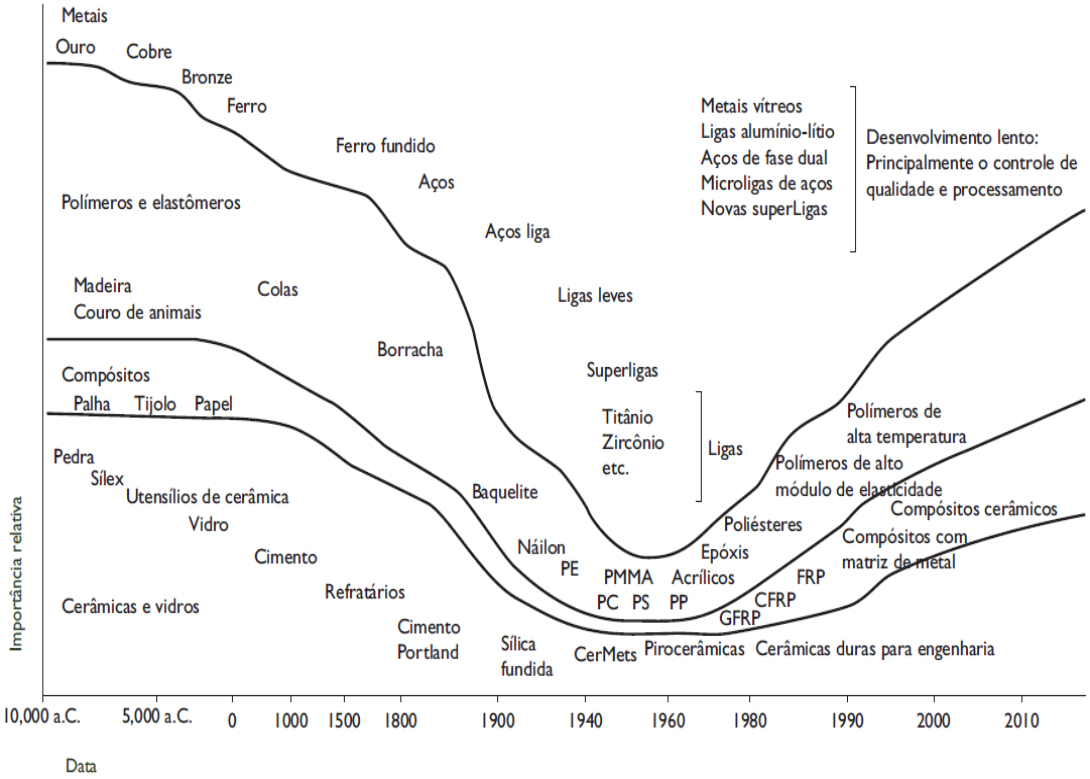


Figura 24 – Evolução dos materiais [13].

Por exemplo, a madeira é feita de cadeias fibrosas de moléculas de celulose em uma matriz de lignina enquanto ossos são compostos de cristais inorgânicos duros em uma matriz orgânica rígida chamada colágeno [11].

O material compósito resultante possui performance mecânica intermediária, ou seja, superior a matriz, porém inferior ao reforço. Estes materiais não são novos. Eles vêm sendo usados desde a antiguidade. Madeira, grama e lama foram usados como compósitos diários. Forma usados também para o aumento da performance de algumas armas como arcos mongóis e espadas de Damasco [12].

Materiais compósitos demonstram anisotropia alta. Isto significa que suas propriedades variam significativamente dependendo da direção da medida. Isto se deve ao fato de o reforço ser fibroso e normalmente alinhado em direções preferenciais. Além disto, um ou mais constituintes pode exibir anisotropia inerente devido a estrutura cristalina.

Isto pode parecer um problema, porém a possibilidade de anisotropia controlada na fabricação de compósitos artificiais oferece uma gama abrangente de integração entre o processo de seleção de material e projeto de componente. Este ponto é de grande relevância pois ele marca uma mudança no ponto de vista de projetos de engenharia convencionais. Logo, o projeto deve levar em consideração a direção da carga que será aplicada ao componente durante o serviço [11].

2.13.1 Projeto de materiais compósitos

A escolha da composição e estrutura de um material para uma aplicação em particular não é uma tarefa fácil. A inserção de um reforço dentro da matriz altera todas as propriedades. É necessário também levar em consideração as mudanças microestruturais da matriz devido à presença do reforço. A geração de tensões residuais devido a contrações térmicas durante a fabricação também pode ser significativa.

Antes de se levar em conta tais efeitos secundários, é necessária uma visão ampla das combinações de propriedades possíveis de sistemas compósitos distintos. Isto pode ser visualizado através de ***mapas de propriedades***. Um exemplo pode ser visto na Fig. 25 onde um gráfico de módulo de elasticidade, *E*, versus densidade ρ é mostrado. Um material em particular (ou tipo de material) é associado com um ponto ou uma região. Este é um método conveniente de comparação entre as combinações de propriedades oferecidas por matrizes e reforços em potencial com materiais convencionais.

Combinações atraentes de matriz e reforço podem ser identificadas através de ***critério de excelência*** para a performance requerida, na forma de uma combinação específica de propriedades. Modelos apropriados podem ser utilizados para localizar limites superiores e inferiores nas propriedades envolvidas para uma fração volumétrica específica [11]. A estrutura geral deste método foi desenvolvido por Ashby em 1993 [11, 14]. Um exemplo pode ser visto na Fig. 26, onde ligas de alumínio, berílio e alumina são projetados. As áreas hachuradas representam as possíveis combinações das propriedades enquanto as linhas pontilhadas representam o critério de excelência utilizado de modo a obter peso mínimo dentro da deflexão aceitável.

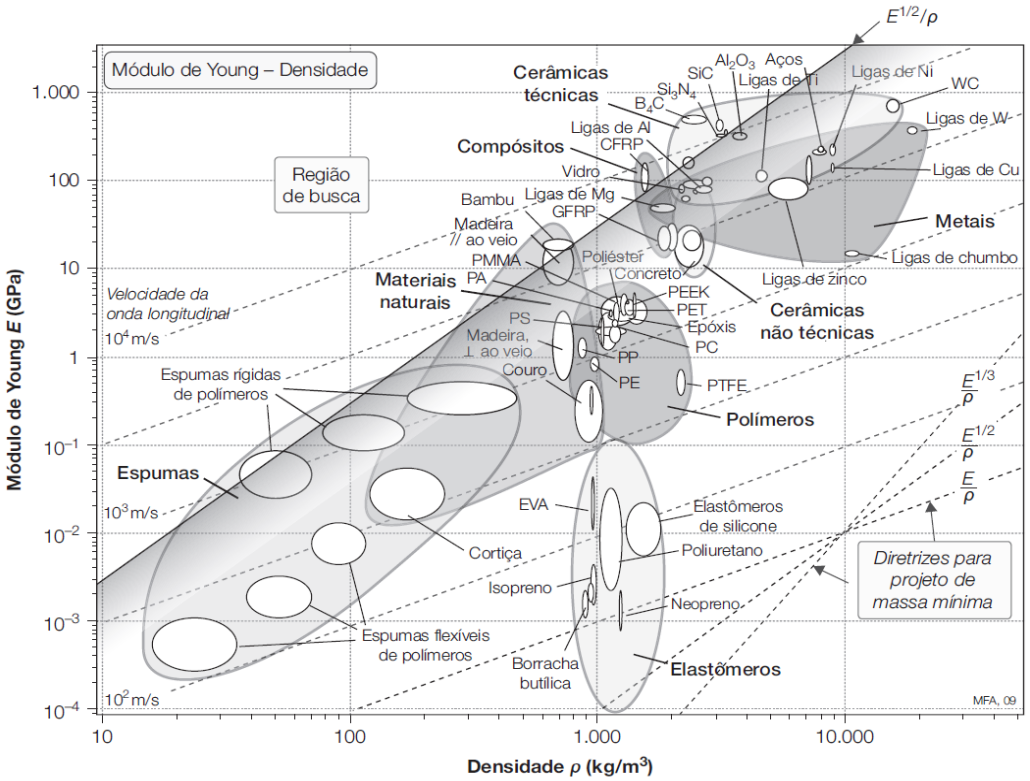


Figura 25 – Exemplo de mapa de propriedades de Ashby [15].

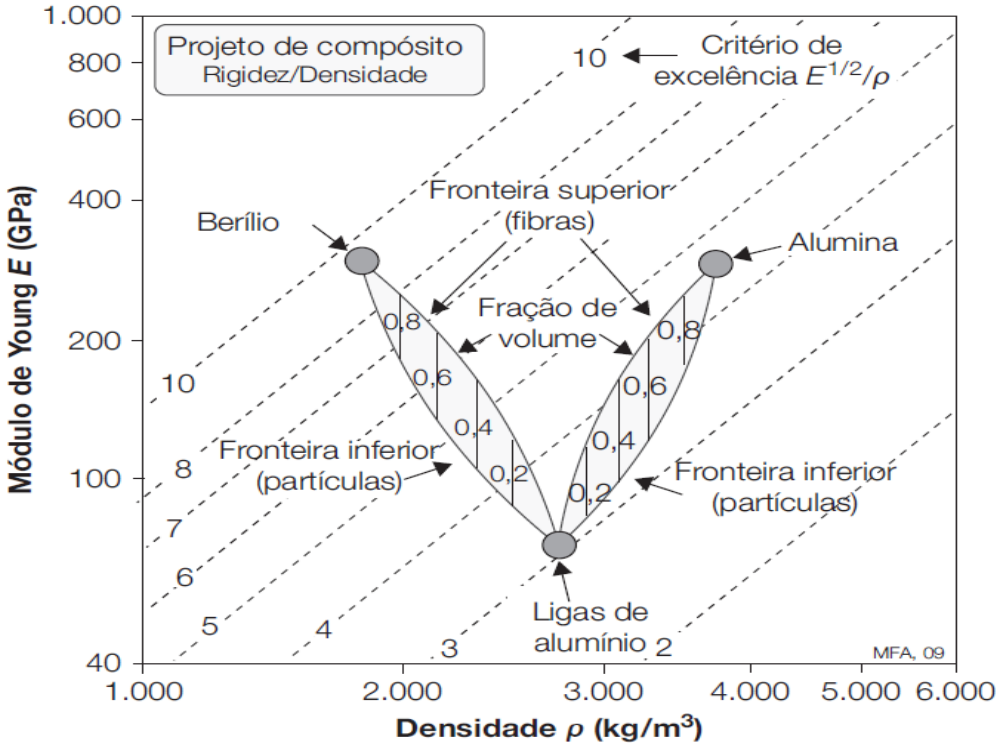


Figura 26 – Diagrama de Ashby para ligas de alumínio, berílio e alumina [15].

2.14 Reforços e Matrizes

Existe uma gama ampla de possíveis reforços (fibras) e matrizes para um material compósito. As suas propriedades são derivadas diretamente do arranjo atômico e conteúdo de defeitos do reforço que deve ser controlado durante o processo de fabricação. Reforços podem ser sintéticos ou de origem natural. Estas duas possibilidades são divididas em vários subtópicos que serão discutidos subsequentemente.

Matrizes podem ser baseadas em polímeros, metais ou materiais cerâmicos. A escolha da matriz depende das propriedades requeridas, a aplicação do material compósito e método de fabricação. As propriedades da matriz dependem da microestrutura que subsequentemente dependem da rota de fabricação e tratamentos térmicos ou mecânicos subsequentes.

Algumas propriedades do compósito podem ser sensíveis a natureza da interface reforço/matriz [11].

2.14.1 Reforços

A gama de reforços é ampla. Reforços sintéticos todos possuem alta rigidez e densidade relativa baixa. Fibras de carbono, vidro e aramida são utilizados amplamente com matrizes poliméricas na fabricação de materiais compósitos. Fibras de carbono também são importantes em compósitos carbono/carbono. Fibras cerâmicas, *whiskers*, e particulados podem ser utilizados para reforçar matrizes metálicas e cerâmicas [11]. Fibras naturais são geralmente aquelas já existem na natureza e podem ser melhoradas através de tratamentos químicos e mecânicos. Estas fibras podem ser categorizadas de acordo com sua origem; fibras vegetais (plantas), animais e minerais. As fibras vegetais se baseiam em fibras naturais de celulose e lignocelulose. As fibras de origem animal consistem de fibras de proteína como seda, lã e penas [16]. A classificação geral das fibras pode ser vista na Fig. 27.

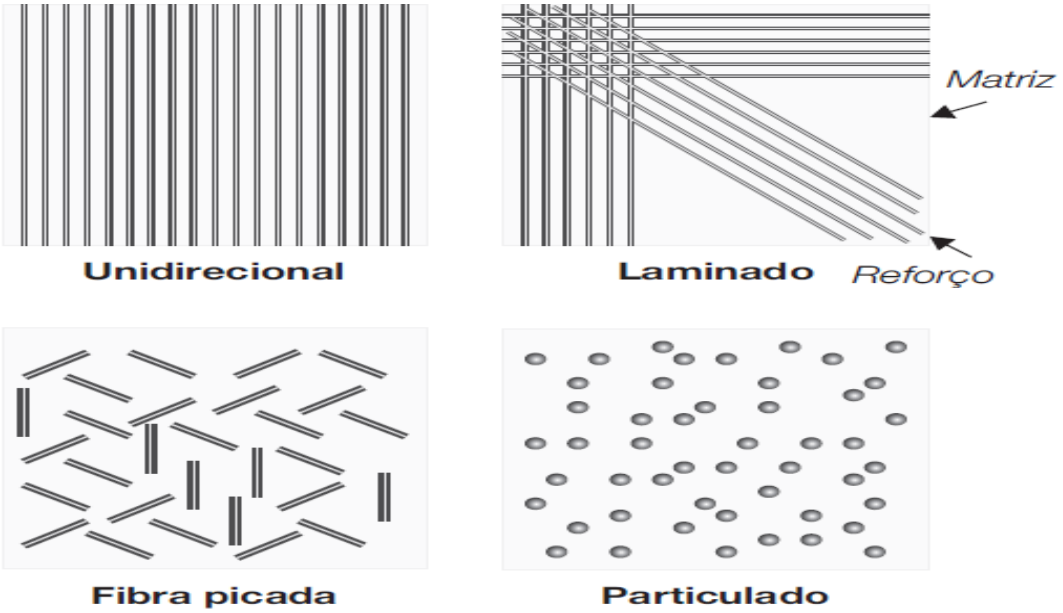


Figura 27: Exemplos de tipos de reforço [12].

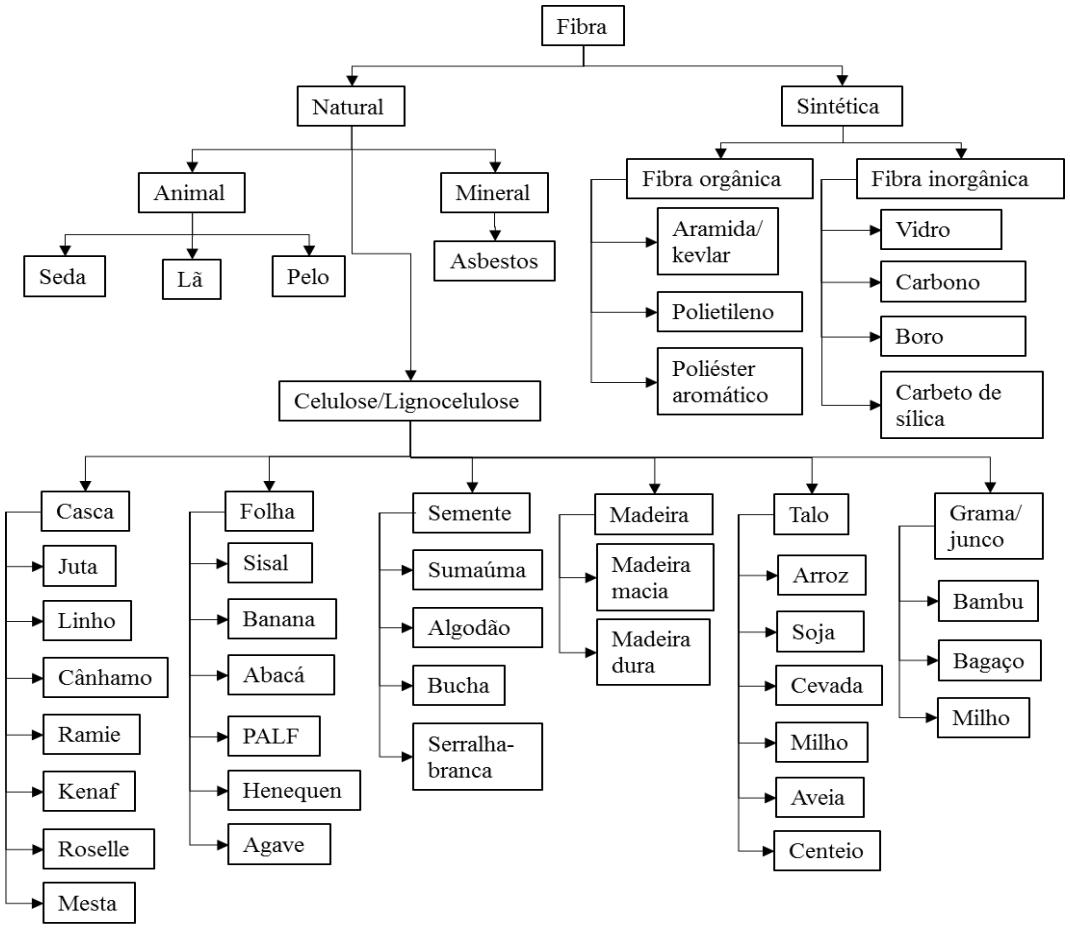


Figura 28 – Classificação geral das fibras [16].

Os reforços podem ser classificados também em forma de aplicação. Eles podem ser inseridos na matriz em forma de fibras curtas (picadas) ou fibras longas que podem ser utilizadas de modo unitário ou em mantas unidirecionais, bidirecionais, biaxiais entre outros [12]. A Fig. 27 mostra exemplos de tipos de reforços.

2.14.2 Reforços fibrosos sintéticos

Alguns dos principais tipos de reforços sintéticos são:

- **Fibra de vidro:** As formas de fibra contínua ou picada é utilizada como reforço em polímeros reforçados com fibra de vidro, GFRPs. Existem vários graus de fibra de vidro que variam em suas características. Vidro E é o padrão. O vidro C tem melhor resistência a corrosão que o E enquanto o R e o S apresentam melhores propriedades mecânicas que o E, porém são mais caros;
- **Fibra de Kevlar (aramida):** Fabricado pela *DuPont* (EUA), as fibras de Kevlar são amarelas e consistem em poliamidas aromáticas obtidas por síntese a -10^{o}C. Elas são esticadas e enroladas de modo a gerar um módulo de elasticidade alto na direção da fibra. Utilizada como vestimentas de proteção, proteção contra projéteis e bombas e coletes a prova de bala assim como núcleos de painéis sanduíche e reforço de polímeros, KFRP (Kevlar 49®);
- **Fibra de carbono:** Podem ser classificados como alto módulo (*HM – high modulus*) ou alta resistência (*HR – high resistance*). Comumente utilizadas em reforço de polímeros, CFRP, metais e cerâmicas. Reforço carbono/carbono é utilizado como sapatas de freios em carros de corrida e aeronaves;
- **Fibra de Boro:** Um filamento de tungstênio (12 μm de diâmetro) é utilizado na catalização da reação entre cloreto de boro e hidrogênio a 1200 ^{o}C. As fibras de boro obtidas possuem um diâmetro de aproximadamente 100 μm;
- **Fibras de carboneto de silício:** Fibras de carbono se oxidam, o que limita sua utilização acima de 400 ^{o}C. As fibras de carboneto de silício (i.e., Nicalon), foram desenvolvidas para superar essa dificuldade. São utilizadas quando é necessário alto modo de elasticidade a altas temperaturas. São fabricadas através da pirólise

de uma fibra de polímero ou por processamento deposição química a vapor (CVD) e vem em uma gama de formas diferentes. Tipicamente usadas para reforço de compósito de matriz metálica [12, 13].

A Tabela 1 mostra as propriedades mecânicas das fibras sintéticas mencionadas enquanto a Fig. 29 mostra exemplos de mantas utilizadas em materiais compósitos.

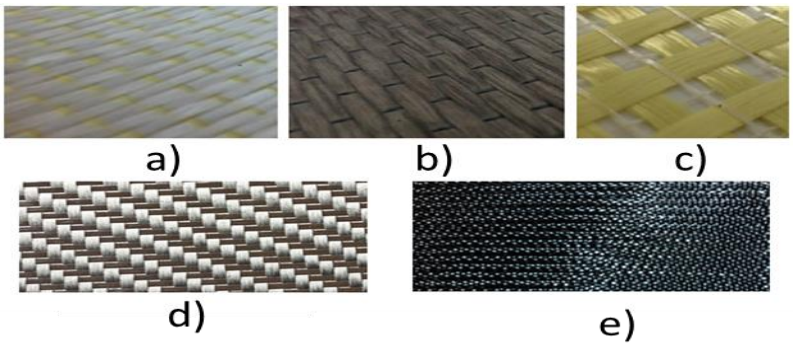


Figura 29 – Exemplos de fibras sintéticas em tecido: a) Fibra de vidro, b) Fibra de carbono, c) Fibra de aramida, d) Fibra de carbeto de silício, e) Fibra de boro [16-18].

Tabela 1 – Propriedades das fibras sintéticas mais comuns [12].

Reforços (fibras)	Densidade ($kg/m^{3)}$	Módulo de Elasticidade (MPa)	Resistência a Tração (MPa)	Alongamento (%)	Preço ($/kg)
Vidro E	2600	74,000	2500	3,5	2
Vidro R	2500	86,000	3200	4	14
Kevlar 49®	1450	130,000	2900	2,3	70
Boro	2600	400,000	3400	0,8	500
Carbono (HM)	1800	390,000	2500	0,6	60-200
Carbono (HR)	1750	230,000	3200	1,3	60-200
Silício	3000	400,000	2800	1,3	600

2.14.3 Reforços fibrosos naturais

O estudo de fibras naturais como reforços para materiais compósitos vem ganhando interesse da comunidade científica recentemente devido a necessidade da diminuição de poluentes e gastos energéticos. Devido a extensos esforços de pesquisa com foco em extração de fibra, tratamentos químicos, adesão fibra-matriz e condições de processamento, compósitos reforçados por fibras naturais já são considerados uma alternativa viável a compósitos reforçados por vidro. De fato, o tratamento das fibras com agentes acopladores, a correta orientação da fibra e técnicas de extração que aumentam o tamanho da fibra em combinação com a melhor matriz possível, características muito interessantes são observadas.

Outras vantagens incluem alta disponibilidade, capacidade de reciclagem dos materiais base, flexibilidade de processamento, baixo custo e densidade, assim como alta resistência e rigidez. Além disso, em comparação com as fibras sintéticas os gastos energéticos de produção são mais baixos e existe a possibilidade de recuperação de energia.

Já foi demonstrado que compósitos naturais possuem maior absorção energética em impacto do que compósitos reforçados por vidro. Estas características juntamente com a performance ambiental são parâmetros importantes que regem o crescimento do interesse na aplicação de compósitos com reforços naturais.

Apesar dos compósitos naturais apresentarem muitas vantagens, eles também possuem muitas desvantagens tais como; a dificuldade de prever força admissível durante a aplicação de cargas estruturais, incertezas sobre performance a longo prazo, absorção de umidade, menor resistência a fogo, propriedades mecânicas e durabilidade inferiores, temperaturas de processamento limitadas, maior desvio no custo e propriedades além de algumas dificuldades no uso de processos de fabricação conhecidos [19].

Finalmente, neste trabalho, o termo “fibras ou reforços naturais” será usado em relação somente ao primeiro tipo de fibras que serão as lignocelulósicas ou fibras provenientes de plantas, Fig. 30. Estas consistem em fibrilas celulósicas ocas unidas por lignina em uma matriz hemicelulósica, logo, são considerados materiais compósitos. A parede celular da fibra de plantas não é homogênea, onde cada tipo particular de espécie

tem suas características de fibra específicas.

As fibras têm características estruturais complexas feitas de muitas camadas. A parede primária fina se situa em volta de uma parede secundária através do crescimento celular. A parede secundária, que consiste em três camadas diferentes, sendo a mais importante a do meio já que a sua espessura controla o comportamento mecânico da fibra.

A camada do meio é complicada e consiste em microfibrilas celulares helicoidais com comprimento entre 10 e 30 nm. Em maior detalhe, o ângulo microfibrilar que é o ângulo entre o eixo da fibra e a microfibrila tem valores característicos que variam com cada tipo de fibra. A qualidade da fibra (suavidade e destreza) é controlado por este ângulo microfibrilar.

A matriz amorfa na célula é muito complexa. Ela consiste em hemicelulose, pectina e lignina. A molécula de hemicelulose é ligada através de hidrogênio a celulose e age como matriz entre as microfibrilas de celulose para construir o elemento estrutural principal da célula da fibra chamada de a rede celulose-hemicelulose. O objetivo principal da lignina e pectina hidrofóbicas é de aumentar a rigidez do elemento celulose/hemicelulose [16]. A Fig. 31 mostra a estrutura de celulose encontradas na maioria das fibras naturais.

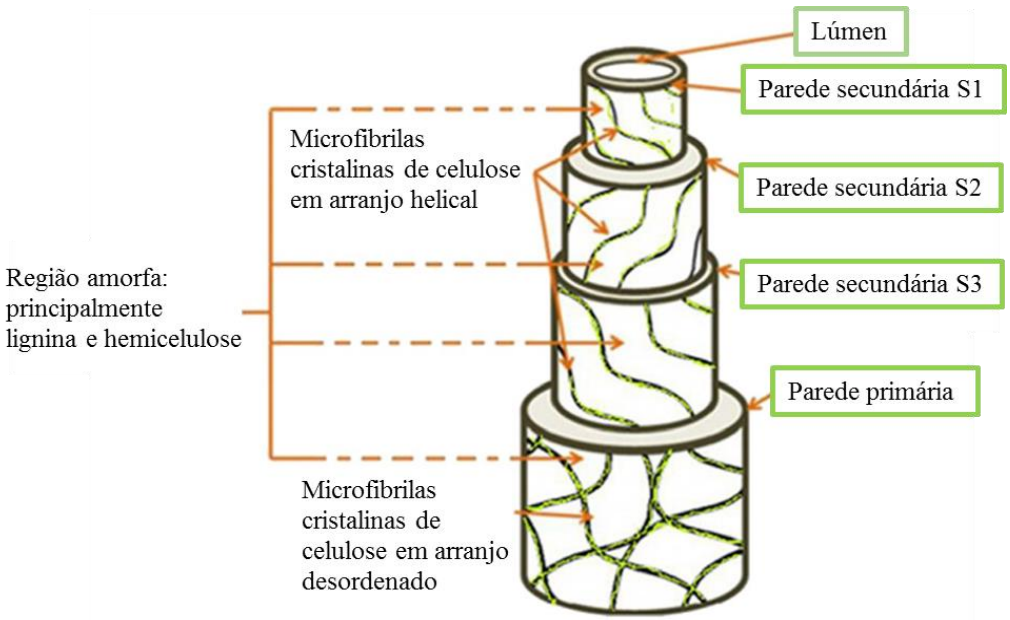


Figura 30 – Esquema da estrutura da fibra natural [16].

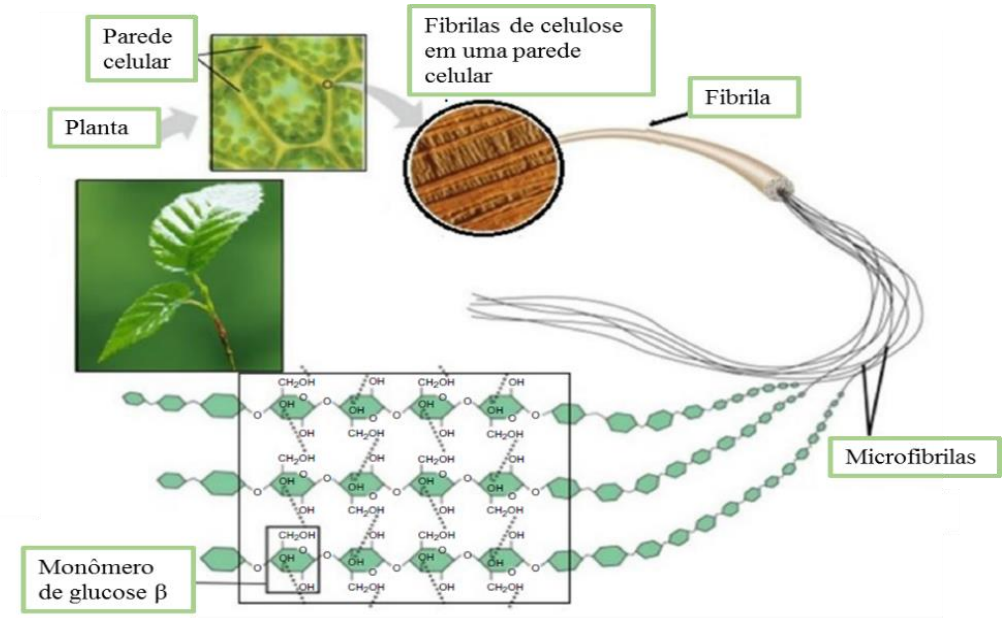


Figura 31 – Esquema de moléculas de celulose em uma fibra [16].

2.14.3.1 Celulose

Celulose é o biopolímero em maior disponibilidade do planeta. Árvores e grama são plantas compostas deste material. O tipo de celulose mais comum é o algodão. Celulose é considerada como sendo um composto orgânico linear e possui a seguinte fórmula, $(C_6H_{10}O_5)_n$. Centenas de unidades de D-glucose são unidas por uniões β (1-4), Fig. 32. Elas são capazes de formar uniões inter e intramoleculares fortes e agregar pacotes de moléculas devido ao comportamento linear das moléculas de celulose. Na literatura, grupos de celulose receberam muitos nomes: protofibrilas, fibrilas elementares, microfibrilas, etc. [16].

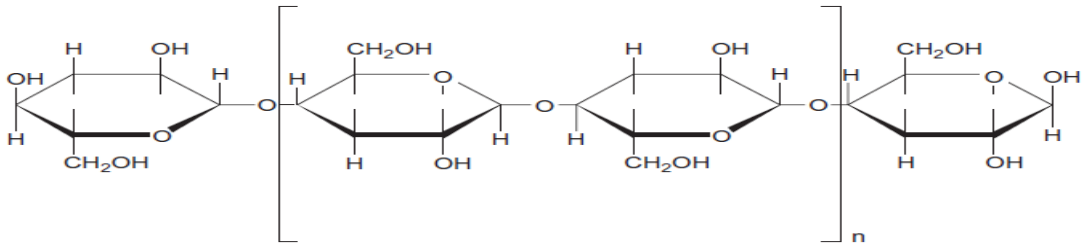


Figura 32 – Estrutura molecular da celulose [16].

2.14.3.2 Hemicelulose

Hemiceluloses são bi-polímeros heterogêneos (com um grau de polimerização de 200 a 300). Madeira seca, por exemplo, tem entre 20% e 30% de hemiceluloses em peso. Uma vasta gama de biopolímeros hemicelulósicos são feitos de monômeros. A resistência e dureza da fibra da planta está intrinsicamente ligada a porcentagem e extensão de monômeros nos polímeros. Exemplos de monômeros são manose, arbinose, galactose, glucose e xilose. Além destes monômeros, açúcares ácidos também existem nos polímeros de hemicelulose. Alguns destes componentes são removidos durante o processo de fabricação das fibras naturais [16].

2.14.3.3 Lignina

Lignina é uma combinação de tri-polímeros heterogêneos. O peso da lignina em uma fibra de planta varia de aproximadamente 2% a 45%. Lignina confere uma propriedade compacta a fibra. Os principais fatores que influenciam a eficiência do enchimento na matriz são: dispersão da fibra, orientação, distribuição do comprimento e adesão a matriz. A Tabela 2 apresenta a composição química e propriedades físicas das fibras naturais comumente utilizadas.

Tabela 2 – Propriedades químicas e físicas das fibras naturais [20].

Fibra	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	E (GPa)	$\sigma_{ruptura}$ (MPa)	Alongamento (%)
Juta	58-63	12	12-14	26,5	393-773	1,5-1,8
Sisal	60,5	25,7	12,1	9,4-38	468-700	2-7
Ramie	1,5	17	1	44-128	400-968	1,2-3,8
Curauá	58,8	23,8	14,7	11,8	500-1150	3,7-4,3

Fibras naturais oriundas de plantas são hidrofílicas e polares. Polímeros, por outro lado, são hidrofóbicos e apolares. Este conflito entre fibra natural e matriz polimérica normalmente cause uma diminuição na vida útil verdadeira dos compósitos. Logo, a

composição química assim como as propriedades físicas de um tipo particular de fibra, têm um papel muito importante em determinar a sua performance mecânica [16].

2.14.3.4 Fibras naturais comuns

As fibras naturais mais comumente utilizadas como reforços em compósitos são:

- **Juta:** Juta é uma fibra de origem natural de nome científico *Corchorus capsularis* da família Tiliaceae. Ele é a fibra natural mais comumente utilizada como reforço em materiais compósitos. É uma fibra baixo custo e atualmente representa a fibra com o maior volume de produção. A juta é endêmica ao Mediterrâneo, porém, hoje em dia Bangladesh, Índia, China, Nepal, Tailândia e Brasil são grandes produtores. A produção mundial de juta está em torno de 2300 a 2850 x 10^3 toneladas. A juta pode crescer até 2-3,5 m e são muito frágeis com baixo alongamento na ruptura devido ao alto teor de lignina. Possuem baixa resistência a umidade, ácidos e luz UV. Porém, a sua textura fina juntamente com sua resistência ao calor e fogo geram uma gama de aplicações em indústrias têxteis, civil e automotiva [21].
- **Sisal:** A fibra de sisal pode ser facilmente cultivada. Ela é extraída da planta *Agave sisalana* tipicamente cultivada na África, Índia entre outros. Geralmente a planta de sisal contêm entre 200-250 folhas e cada folha possui no mínimo de 1000-1200 feixes (*bundles*) de fibras. A fibra de sisal é extraída da folha da planta através de processos mecânicos e dependendo do lugar da folha de onde é extraída, fibras diferentes são adquiridas. Estes são: mecânica, fita e xilema. As fibras variam em composição química em função do local de cultivo. Compósitos reforçados de fibras de sisal tem sido utilizados em indústrias como a automobilística em capacidade não-estrutural como painéis de portas etc. [22].
- **Ramie:** A fibra de ramie é extraída do caule de uma planta perenal da família Urticaceae endêmica da Ásia Oriental. O comprimento da fibra varia de alguns milímetros a 600 mm. Ela é caracterizada por brilho intenso, boa resistência a condições atmosféricas e ações bacterianas. Ela é utilizada tanto para roupas como

tecidos técnicos assim como cordas, tendas entre outros. Dejetos podem ser utilizados para produção de papel [23].

- **Curauá:** O Curauá (*Ananas erectifolius*) pertence a família Bromeliaceae de origem sul-americana. Suas principais vantagens é que ela não possui cheiro, é suave ao toque e de baixo peso além de apresentar ótimas características mecânicas. Devido a sua excelente capacidade de absorver impacto, ela é aplicada na indústria automotiva para painéis e também na produção de cordas finas e redes [23].

2.15 Reforços particulados

Assim como os reforços fibrosos previamente descritos, os reforços particulados melhoram as características mecânicas, elétricas e térmicas da matriz e são definidos de acordo com seu tamanho em duas escalas principais: nano e micro [24].

2.15.1 Reforços nano

Materiais nano possuem no mínimo uma dimensão inferior a 100 nanômetros. Logo, sua área superficial específica deve ser superior a 60 m^2/cm^3. Materiais em escala nano possuem propriedades úteis como: grande área superficial, energia superficial alta e número reduzido de defeitos estruturais. Além disso, eles possuem diferenciais nas suas propriedades eletrônicas, cinéticas, magnéticas e óticas em comparação com outras escalas. Devido a estas características, pesquisadores observaram que a adição de nanopartículas em adesivos e materiais poliméricos leva a melhorias nos comportamentos mecânico e térmicos. Estes materiais são utilizados na fabricação de pacotes, cosméticos, áreas biomédicas e eletrônica.

Existem vários tipos de nanopartículas incluindo nano carbono, nano sílicas, óxidos metálicos e nano argilas. Cada um destes materiais afeta as propriedades finais do

compósito de modo diferente, logo, é importante a compreensão de cada tipo de nanopartícula (NP) [24]. Segue uma pequena descrição de cada:

- **Materiais baseados em carbono:** Nano reforços de carbono (NRCs) são classificados em três subdivisões baseado nas suas dimensões: esféricos, tubulares ou placas. Nanotubos de carbono (NTCs) são partículas unidimensionais formadas através do enrolamento de uma lâmina de grafeno em um cilindro. Baseado no número de tubos no NTC, eles podem ser classificados em três categorias: NTCs de parede única, parede dupla ou parede múltipla, Fig. 33. Possuem comprimento na ordem de 100 nm e alta área superficial assim como ótima resistência mecânica e rigidez.
- **Materiais baseados em metais:** NPs metálicos possuem grande potencial de aplicação em nanotecnologia. Eles possuem propriedades diferentes tanto do ion quanto do material em massa. A maioria dos elementos metálicos da tabela periódico existem em forma de NPs. Foi observado que a adição de NPs metálicos em polímeros traz melhorias as suas propriedades mecânicas, térmicas e elétricas. Alguns deles possuem propriedades especiais e aplicações médicas. Por exemplo, NPs de prata e cobre possuem propriedades antibactericidas e antifúngicas [24, 25];
- **Nano sílica:** Dióxido de silício ou SiO_2 é encontrado em formas cristalinas e amorfas e a cor do seu pó é branca. NPs de silício são porosos e possuem alta área superficial que inclui muitos grupos de hidroxila. Foi observado que a adição de NPs de silício em matrizes poliméricas pode melhorar as propriedades dos polímeros [24];
- **Nano argilas:** Nano argilas (NAs) são nano estruturas naturalmente em forma de placas. Existem duas espécies principais: montmorilonita e alofano. A estrutura da montmorilonita é um poli silicato cristalino. Alofano é um alumino silicato não cristalino e é criado através de cinza vulcânica. É utilizado para imobilização enzimática. NAs são materiais de baixo custo que podem melhorar resistência ao fogo, infusão líquida e propriedades mecânicas dos polímeros [24];
- **Dióxido de titânio:** Dióxido de titânio (TiO_2) é um óxido que ocorre naturalmente e é um dos nano materiais mais importantes que tem atraído grande interesse

devido a suas muitas vantagens como: propriedades ótica, eletrônica, catalítica, espectral, estrutural, mecânica, anticorrosiva muito favoráveis. Este material já é muito utilizado na indústria a muitos anos quando comparado a outros reforços utilizados em matrizes poliméricas como os NTCs. Ele é extensivamente utilizado em várias indústrias e aplicações como: fotovoltaicos, proteção contra radiação ultravioleta (UV), entre outros [26].

- **Nano reforços naturais:** Reforços naturais na escala nano já foram utilizados em conjunto com compósitos poliméricos e foi observada melhoria de certas propriedades mecânicas e morfológicas assim como propriedades distintas como retardação de chamas e absorção de água [27-29].

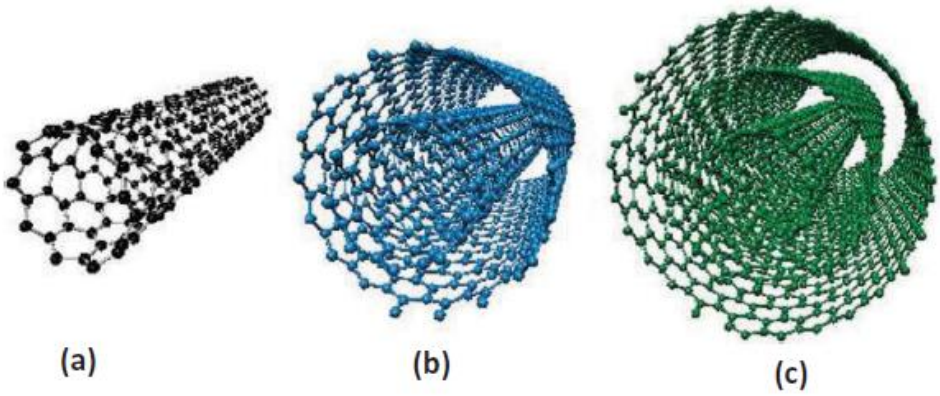


Figura 33 – Esquema de tipos diferentes e NTCs: a) parede única, b) parede dupla e c) multi-parede [24].

2.15.2 Reforços micro

O tamanho de materiais de estrutura micro está entre 1 e 1000 μm e a razão de área de superfície para volume deste tipo de reforço é menor que os NPs. Logo, propriedades diferentes são esperadas [24]. Segue uma breve descrição de alguns utilizados na literatura:

- **Cortiça:** Cortiça é um material biológico com estrutura alveolar similar a uma

colmeia com células prismáticas sem distância intercelular. As células são formadas de camadas de celulose, lignina, suberina, tanina e graxas. O tamanho das células depende da época de plantio e vai de 10 a 40 μm. Este material é muito leve, versátil, elástico, inócuo, não afetado por atividade microbial, flexível, consideravelmente impermeável a líquidos e gases e é um bom isolador térmico, elétrico e vibratório. Material utilizado em muitas industrias e aplicações como aeronáutica, automóvel, assim como reforço para melhorar a tenacidade a fratura de resinas frágeis [24];

- **Micro materiais metálicos:** A dimensão de pós metálicos está entre 5 e 200 μm. O método de produção do pó pode afetar a forma, tamanho, área superficial, densidade aparente, fluxo, compressibilidade e resistência dos materiais. A maioria dos metais existe em forma de pó. A adição de pós metálicos em polímeros melhora: a condutividade e difusividade térmica, aumenta a rigidez da matriz, reduz tensões internas em peças feitas por injeção em molde, reduz deformação, diminui o preço do material, melhora a aparência final do produto [24];
- **Pó de borracha:** Micropartículas de borracha são tipicamente feitos de materiais elastoméricos vulcanizados. A maioria deles é feito de pneus. Porém, outras borrachas industriais como o butil, borrachas naturais e nitrílicas também podem ser utilizadas. Tamanho da partícula depende do processo de fabricação e normalmente varia entre 10 a 180 μm. São utilizados em resinas frágeis. Isto pode aumentar a tenacidade com poucos efeitos deletérios nas suas características mecânicas. Este procedimento pode ser utilizado quando energias de impacto elevadas são desejadas [24];
- **Pó de fibra de vidro:** Pó de fibra de vidro consiste em um material extremamente barato e facilmente disponível. Pode ser utilizado como reforço particulado em matrizes poliméricas onde é constatado melhorias em suas propriedades mecânicas [30];
- **Micro reforço natural:** Reforços de fibras naturais na escala micro foram utilizados com matrizes poliméricas e foi observado melhorias nas características mecânicas como resistência a tração e módulo assim como redução de absorção de água [29, 31].

2.16 Dispersão

A incorporação de reforços particulados em matrizes poliméricas leva a uma quantidade excepcionalmente grande de partículas de área de superfície grande, o que resulta em dificuldades para dispersão uniforme das partículas. Existem alguns tipos mais comumente utilizados para a dispersão de partículas em matrizes poliméricas.

Dentre elas, a ultrasonicação é o método mais comumente utilizado. Esta técnica consiste na aplicação de energia de ultrassom de modo a agitar partículas em uma solução para propósitos diversos. Em situações laboratoriais, normalmente é utilizado um banho ultrassônico ou sonda também conhecido como sonicador, Fig. 34. O princípio desta técnica se baseia na propagação do ultrassom que induz a formação de ondas de compressão atenuadas nas moléculas do meio por onde passa.

Este mecanismo promove a remoção de partículas do aglomerado. Sonicadores laboratoriais normalmente trabalham em uma faixa de potência de 100 a 1500 W. A sonda é fabricada com material inerte como o titânio com uma geometria cilíndrica com uma diminuição progressiva do diâmetro em direção a ponta que geralmente possui um diâmetro de 1,6 a 12,7 mm. Isto gera uma concentração de energia na ponta da sonda, o que lhe dá alta intensidade [32].

O tempo de sonicação e a potência são fatores importantes que afetam as características finais do material. Geralmente se utilizam 25 W e 50W assim como tempos de 15 e 10 minutos por ciclo dependendo do tipo de particulado [33].

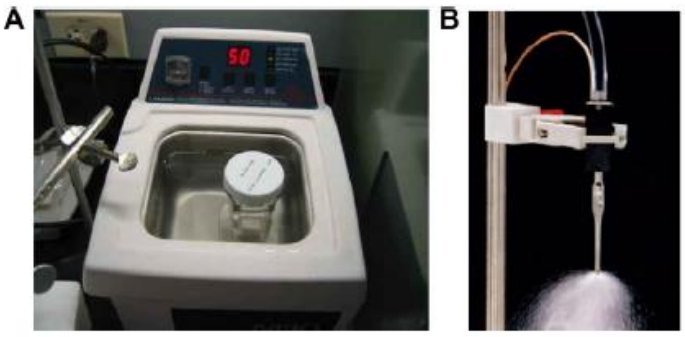


Figura 34 – Tipos de sonicadores: a) banho, b) sonda [32].

2.17 Matrizes

Matrizes são estruturas poliméricas utilizadas na fabricação de materiais compósitos. Elas podem ser divididas em dois grupos: termorrígidos e termoplásticos. Os termoplásticos são materiais de alto peso molecular que podem ser amolecidos e fundidos com a aplicação de calor. O processamento dos termorrígidos envolve a conversão não-reversível de uma resina base de baixo peso molecular em uma estrutura polimerizada. O material resultante não pode ser fundido e separado.

A resina em compósitos reforçados age de modo a dar forma a peça, manter as fibras de reforço alinhadas e protegê-las de ambientes nocivos e dano além do papel vital de transferir carga [34].

2.17.1 Termoplásticas

As matrizes termoplásticas podem ser divididas em dois grupos: amorfas e cristalinas. Na estrutura amorfa as moléculas estão orientadas aleatoriamente. Termoplásticos amorfos típicos incluem o óxido de poliphenileno (PPO), policarbonato (PC) e estireno butadieno acrilonitrila (ABS). As vantagens de termoplásticos amorfos incluem:

- relativamente dimensionalmente estáveis;
- menor contração em molde que os cristalinos;
- potencial para aplicação como espumas estruturais.

As desvantagens incluem:

- baixa resistência a abrasão e impacto;
- baixa resistência a fadiga;
- maior tempo de processamento comparado com os cristalinos.

Na forma cristalina existirão regiões de moléculas orientadas regularmente e o desenvolvimento desta estrutura depende de fatores como as técnicas de processamento, taxa de arrefecimento etc. Exemplos incluem nylon (PA), polipropileno (PP) e polietileno

(PE). Algumas vantagens dos termoplásticos cristalinos incluem:

- boa resistência a solventes, fadiga e abrasão;
- maior deformação;
- propriedades a altas temperaturas são melhoradas por reforço fibroso.

As desvantagens incluem:

- contração potencialmente alta e variável;
- dificuldade de união por adesivos;
- maior fluência que amorfos [34].

2.17.2 Termorrígidas

As matrizes termorrígidas são geralmente mais frágeis que as termoplásticas, logo, são mais comumente utilizadas com reforço fibroso. Suas vantagens incluem:

- menos sensíveis a temperatura que os termoplásticos;
- boa estabilidade dimensional;
- mais duros e possuem maior resistência a abrasão que os termoplásticos.

As desvantagens incluem:

- baixa tenacidade e deformação na fratura;
- dificuldade na reciclagem;
- dificuldade de obter alta qualidade superficial [34].

2.18 Processos de Fabricação

Existem dois tipos principais de manufatura de materiais compósitos: molde aberto e molde fechado. Dentro destas categorias, existem uma variedade de métodos, cada um com benefícios específicos [35]. Segue a descrição geral:

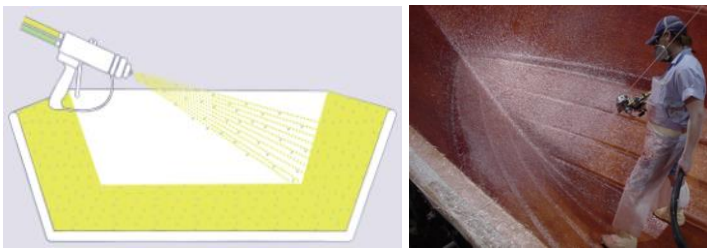
- **Molde aberto:** Nesta técnica, materiais para a fabricação do compósito

são colocados em um molde aberto onde a cura ocorre exposta ao ar. Existem três tipos principais de fabricação a molde aberto: Laminação manual (*hand lay-up*), *Spray-up* e *Filament winding*. A Fig. 35 mostra exemplos. O método de laminação manual é o mais comum por ser mais barato e de menor complexidade.

- **Molde fechado:** Em moldagem fechada, os materiais curam dentro de um molde de duas faces ou dentro de uma bolsa de vácuo selada. Processos de molde fechado são geralmente automatizados e requerem equipamento especial [35]. A Fig. 36 demonstra exemplos destes métodos. O método de molde por compressão é o mais utilizado por ser mais simples e barato em conjunção com a laminação manual.



a)

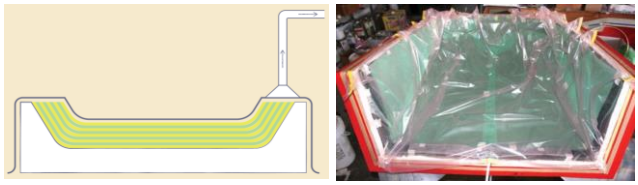


b)

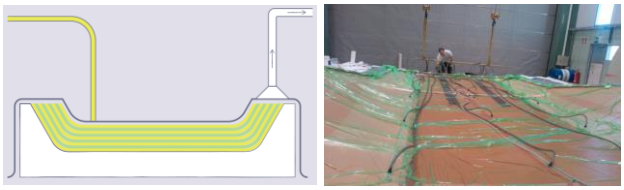


c)

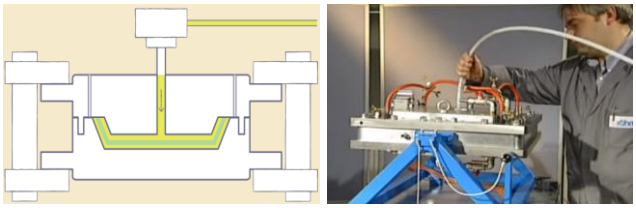
Figura 35 – Exemplo de tipos de fabricação a molde aberto a) *Hand lay-up*, b) *spray-up*, c) *filament winding* [35-37].



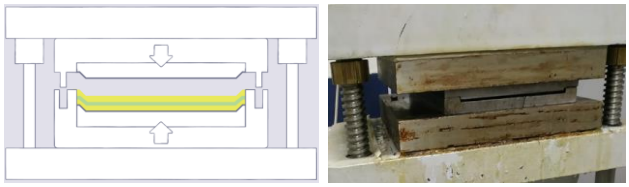
a)



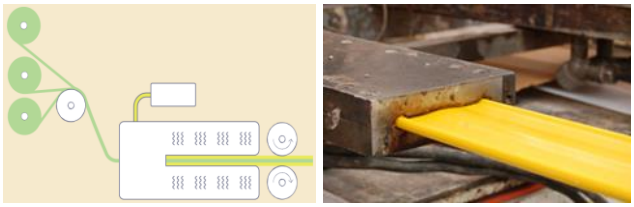
b)



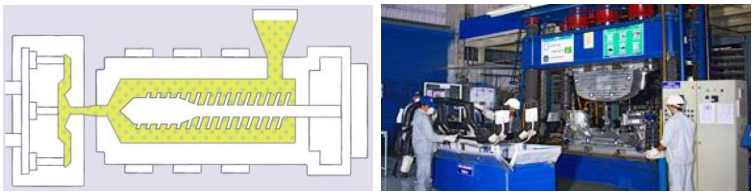
c)



d)



e)



f)

Figura 36 – Exemplos de tipos de fabricação a molde fechado a) Bolsa de vácuo, b) Infusão a vácuo, c) Transferência de resina (RTM), d) Moldagem por compressão, e) Pultrusão, f) *Reinforced reaction injection molding* (RRIM) [35, 38, 39].

2.19 Ensaios

Neste trabalho serão utilizados quatro tipos de ensaios mecânicos; tração, flexão, impacto e tração de junta colada de sobreposição simples, Fig. 37. Cada ensaio foi baseado em uma norma específica que define guias gerais de geometria de espécimes, velocidade de ensaio, tratamento e apresentação de dados e nomenclatura de modos de falha. A seguir temos uma descrição de cada.

- **Tração:** A determinação as propriedades em tração são cruciais pois elas providenciam informações em relação ao módulo de elasticidade, limite elástico, alongamento, redução em área, resistência a tração, ponto de ruptura, força de ruptura, entre outras propriedades. Propriedades trativas variam em relação ao material e são geralmente apresentados em forma de curva tensão x deformação [40]. Para materiais compósitos (polímeros reforçados), as normas utilizadas são a ASTM D638 e ASTM D3039 dependendo do tipo de compósito [40]. A máquina utilizada foi a máquina de tração universal INSTRON® 5966 localizada no laboratório de compósitos e adesivos (LADES – CEFET/RJ). Extensômetro tipo *clip gauge* foi utilizado para a medida real de deformação. Foi utilizada velocidade de 1 mm/min e a temperatura ambiente.
- **Flexão:** A propriedade mecânica em termos de rigidez e resistência flexural é determinada a partir da aplicação da norma ASTM D7264 [41] para materiais poliméricos reforçados. O ensaio consiste em um suporte de dois pontos onde um terceiro ponto de contato carrega o corpo de prova no meio. A força aplicada resulta em uma deflexão do ponto mediano que é medida e gravada até que a falha ocorra em uma das faces [42]. Devido à natureza do ensaio, a face superior que está em contato com o ponto de carga está sofrendo compressão enquanto a inferior está sob tração. A falha então ocorrerá dependendo não só das características mecânicas da resina e da fibra laminada, mas também de pequenas imperfeições na simetria do corpo de prova. Isto se dá devido a mudança da posição da linha neutra, que é sensível até a assimetrias modestas [41].

- **Impacto:** O teste de impacto é projetado para determinar a forma como um espécime de um material conhecido responde a tensão aplicada de modo repentino. O ensaio é utilizado para avaliar a eficiência de absorção energética do material. A habilidade de quantificar a propriedade de impacto é uma grande vantagem no quesito de segurança. Espécimes do ensaio podem ter entalhes de geometrias variadas ou sem entalho. Neste trabalho a norma ASTM D4812 foi utilizada como base para ensaio de impacto do estilo Charpy (embora ela seja Izod) pois a geometria e a máquina a disposição são de Charpy, e é observado pequena diferença para o caso de compósitos reforçados entre o entalhe ou não [43].
- **Junta colada em tração:** O teste de tração de juntas coladas de sobreposição simples (SLJ) é muito comum na indústria. Isto se deve ao fato de ele ser capaz de reproduzir juntas encontradas em muitas estruturas incluindo aeronáuticas e automotivas [2]. A grande vantagem do uso da junta SLJ se dá no fato de ela ser barato e simples. A junta SLJ é descrita em normas como ASTM D1002 e ASTM D5868 para aderentes metálicos e compósitos reforçados respectivamente [44, 45] [2]. A geometria utilizada neste trabalho assim como a espessura da camada adesiva foram baseados em pesquisas anteriores e nas normas [3].

3. Materiais e Métodos

O interesse industrial em materiais novos que tragam benefícios ao mesmo tempo que não diminuam as características mecânicas continua a aumentar. Neste contexto, fibras naturais utilizadas em conjunto com fibras sintéticas como reforço de materiais compósitos são de grande interesse. Logo, se torna necessário o ensaio experimental destes materiais novos de modo a caracterizá-los mecanicamente nas situações de uso prováveis, (i.e. tração, flexão, impacto e junção colada). Este capítulo é mostrado o passo a passo da fabricação dos materiais compósitos novos assim como a fabricação das juntas coladas de sobreposição simples utilizados nos ensaios.

3.1 Resina

A resina utilizada foi a epóxi bicomponente HEX 135 SLOW fornecida pela Barracuda Advanced Composites, Rio de Janeiro – Brasil, Fig. 37. As características mecânicas podem ser vistas na Tabela 3.



Figura 37 – Resina utilizada.

Fonte: Barracuda Advanced Composites, 2020

Tabela 3 – Características mecânicas da resina utilizada.

Propriedade	Unidade	Valor
Densidade - DIN EN ISO 1183-1	[g/cm³]	1,10 - 1,20
Resistência à flexão - DIN EN ISO 178	[MPa]	100 -120
Módulo de elasticidade - DIN EN ISO 178	[GPa]	2,8 - 3,2
Resistência à tração - DIN EN ISO 527-2	[MPa]	65 - 75
Resistência a compressão - DIN EN ISO 604	[MPa]	80 - 100
Alongamento na Ruptura - DIN EN ISO 527-2	%	7,0 - 10,0
Força de Impacto - ISO 179-1	[kJ/m²]	60 - 80
Absorção de água a 23°C - DIN EN ISO 175	24h [%]	0,10 - 0,50
	7d[%]	0,20 - 0,80
Cura: 8h a 70°C		

Fonte: Barracuda Advanced Composites, 2020

3.2 Adesivo

O adesivo utilizado para a fabricação das juntas coladas foi o epóxi estrutural bicomponente BETAMATE® 2096, fornecido pela DOW (DuPont) Brasil. A cura deste adesivo ocorre através de reação química (2h, 60º C). Este adesivo foi projetado para a utilização na indústria automobilística tanto para construção como para reparos. Possui ótima adesão entre aços e fibra de carbono assim como aços revestidos e alumínio pré-tratado. Possui também alta durabilidade, coesão assim como proteção contra corrosão e capacidade selante. As propriedades mecânicas podem ser vistas na Tabela 4.

Tabela 4 – Propriedades mecânicas do adesivo estrutural utilizado.

Tensão de Ruptura (MPa)	29
Módulo de Young (GPa)	1,7
Densidade (g/cm^3)	1,2
Alongamento (%)	9

Fonte: Dow (DuPont), 2020

3.3 Fabricação de materiais compósitos híbridos

Foram utilizadas mantas bidirecionais de juta e fibra de vidro fornecidos por Sisalsul, São Paulo – Brasil e Barracuda Advanced Composites, Rio de Janeiro – Brasil, respectivamente. A manta de juta utilizada foi a T10 enquanto a de vidro foi a RE200P.

Foram fabricados inicialmente compósitos híbridos de juta/vidro com um núcleo natural de 5 mantas de juta e um envelope sintético composto de mantas de vidro dos dois lados.

O número mínimo de mantas de vidro exteriores foi de 4 (dois de cada lado), e posteriormente foram fabricados compósitos com 9 (três de cada lado), Fig. 38.

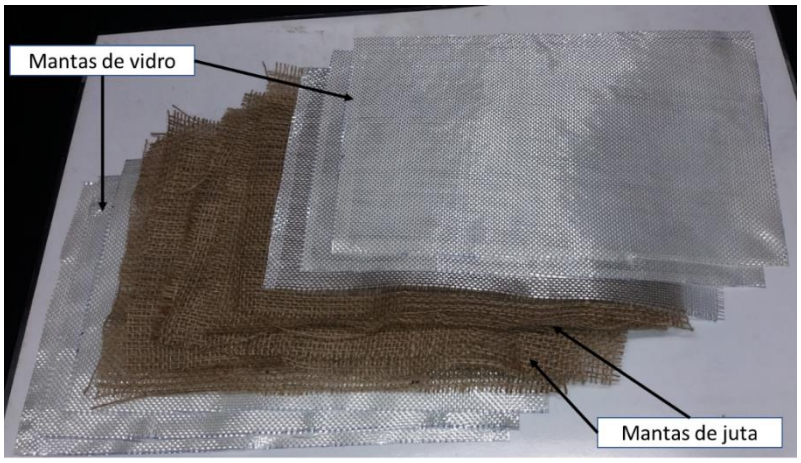


Figura 38 – Exemplo da configuração do reforço do compósito híbrido.

A fabricação dos materiais compósitos se inicia com a pesagem das mantas que serão utilizadas como reforço de modo a calcular a quantidade de resina e endurecedor que serão utilizados. Este cálculo prevê uma porcentagem de reforço fibroso em massa de 30%. Uma vez calculado, a resina e o endurecedor são misturados manualmente e o processo de laminação manual se inicia de acordo com a divisão de 100:33 de resina/endurecedor.

Este consiste no uso de um molde de aço, silicone azul e vermelho e borracha adesiva para diminuir o movimento do silicone durante a aplicação de pressão, Fig. 39.

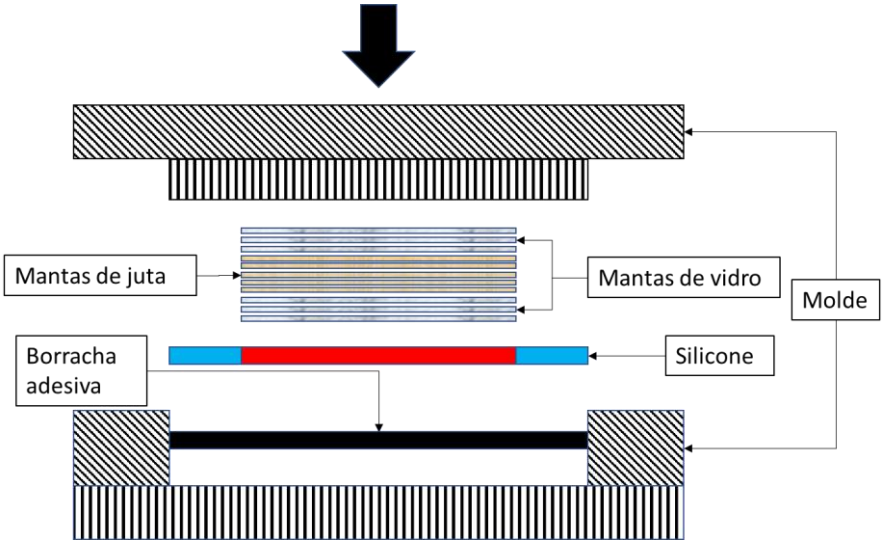


Figura 39 – Esquema da laminação manual.

O molde foi projetado de modo que com a aplicação de pressão, os lados da base e tampa estarão faceados e somente um espaço de 4 ± 0.1 mm que será a espessura teórica média dos compósitos fabricados. É importante notar que a espessura real terá uma certa variação assim como a porcentagem de fibra real devido ao fato que uma certa quantidade de resina é expelida pela interface molde/silicone. O molde recebeu tratamento químico desmoldante para a fácil remoção das placas curadas.

O silicone é utilizado de modo a gerar uma pressão hidrostática que ajuda a remover as bolhas de ar presas após a laminação. O silicone azul e vermelho variam em relação a sua dureza. O silicone azul é utilizado nas laterais enquanto o vermelho pe utilizado nos limites da placa com a borracha adesiva logo atrás para evitar a sua movimentação de modo a manter o controle geométrico da placa. Esta técnica foi utilizada devido a experiência laboratorial de modo a evitar o máximo de bolhas. Um exemplo da laminação manual pode ser visto na Fig. 40.

A borracha adesiva utilizada foi o modelo P 285-008, PRORUBBER, São Paulo – Brasil, de poliuretano expandido com 8 mm de altura e 18 mm de largura.

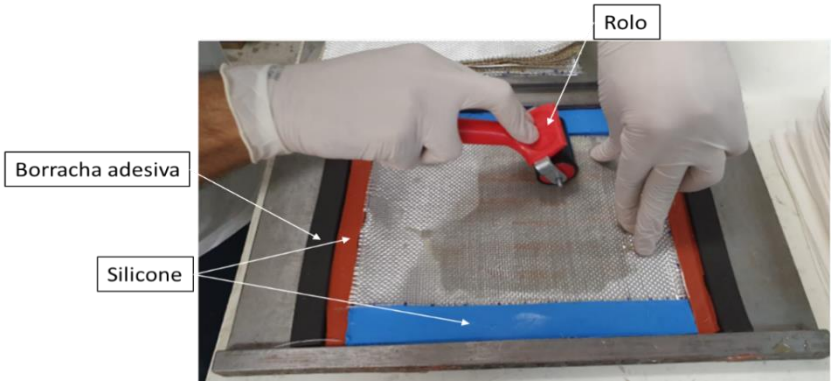


Figura 40 – Exemplo de laminação manual.



Figura 41 – Prensa utilizada.

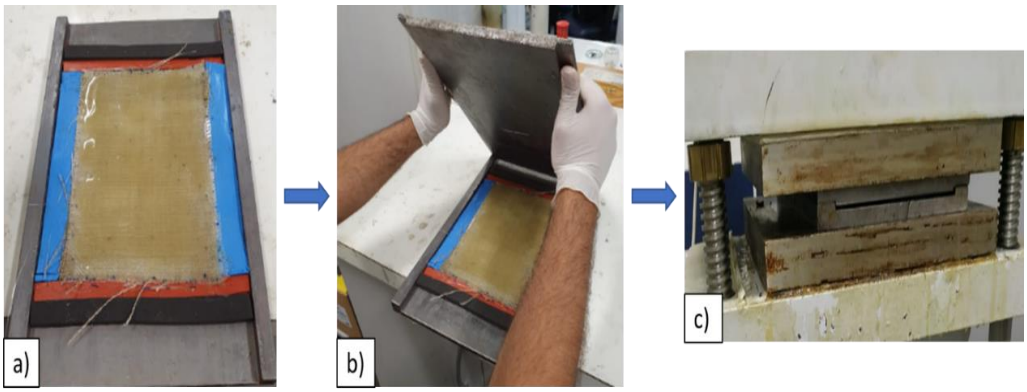


Figura 42 – Exemplo de laminação completa: a) laminação finalizada, b) fechamento do molde, c) molde na prensa.

A cura do compósito foi feita com o uso de uma prensa hidráulica aquecida Solab 12/20 pertencente ao LADES, Fig. 41. Após a finalização da laminação, o molde foi posto na prensa e curado por 8 horas a 75º C e pressão de 10 tons de acordo com o fabricante, Fig. 42.



Figura 43 – Exemplo de placas fabricadas.

Após cura, as placas foram deixadas na prensa de modo a esfriar e evitar concentradores de tensão térmicos. Após isto, elas foram desmoldadas e preparadas para o corte de substratos tanto para juntas coladas como para ensaios mecânicos, Fig. 43.

Substratos foram cortados com o auxílio de máquina de corte por disco diamantado, a Fig. 44 mostra exemplos de substratos cortados para ensaios mecânicos.

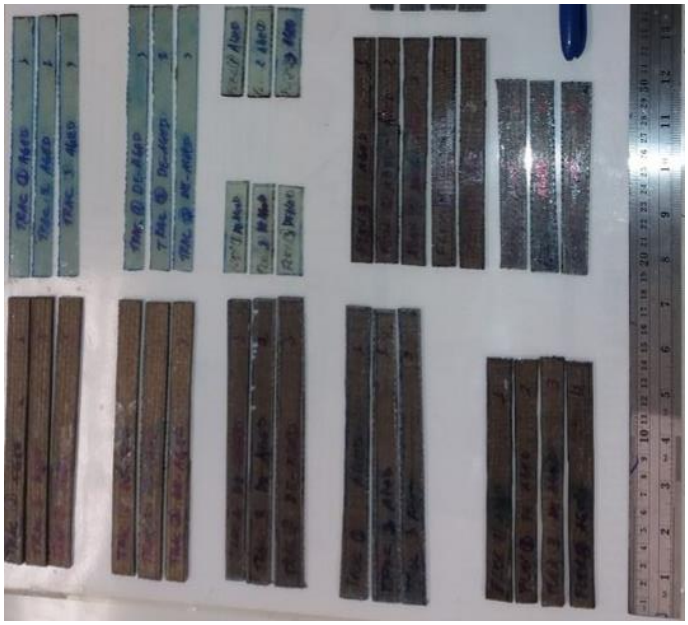


Figura 44 – Exemplos de substratos cortados.

3.4 Fabricação de compósitos reforçados com aditivos

Materiais compósitos híbridos reforçados com aditivos em pó (*fillers*) naturais e sintéticos foram fabricados com a utilização de pós de fibra de vidro, juta e curauá micro e nano dióxido de titânio (TiO_2). O pó de fibra de vidro utilizado foi um produto comercialmente acessível triturado e moído do nível micro. O pó nano de dióxido de titânio utilizado foi Anatase 99,7% 15 nm adquirido da Nanostructured & Amorphous Materials Inc., Texas – USA, Fig. 45.

Os aditivos naturais utilizados foram triturados e moídos com o auxílio de maquinário presente no Instituto Nacional de Tecnologia, INT – Rio de Janeiro. As fibras foram moídas em um moinho de bolas, MA 500, Marconi – São Paulo, por 6 horas com bolas de três diâmetros: 2, 10 e 12, Fig. 46-47.

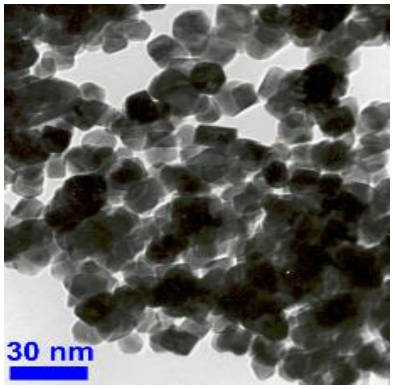


Figura 45 – Micrografia do nano TiO_2.

Fonte: Nanostructured & Amorphous Materials Inc, 2020



Figura 46 – Moinho de bolas utilizado.



Figura 47 – Bolas utilizadas.

As fibras trituradas são fibras curtas, porém, não são aditivos em pó. Para se tornarem aditivos em pó nível micro elas precisam ser moídas. A Fig. 48 mostra o processo de inserção as fibras curtas trituradas no moinho e a montagem da máquina. A operação é simples: inserção de fibras e bolas de modo que exista uma camada intermitente de cada dentro do volume do moinho. A máquina é então ligada e o moinho gira e por gravidade as bolas caem e colidem, moendo o material fibroso até um nível micro de pó. O tempo de moagem e as bolas foram mantidas para a juta e curauá e o resultado pode ser visto na Fig. 49.



Figura 48 – Montagem do moinho.

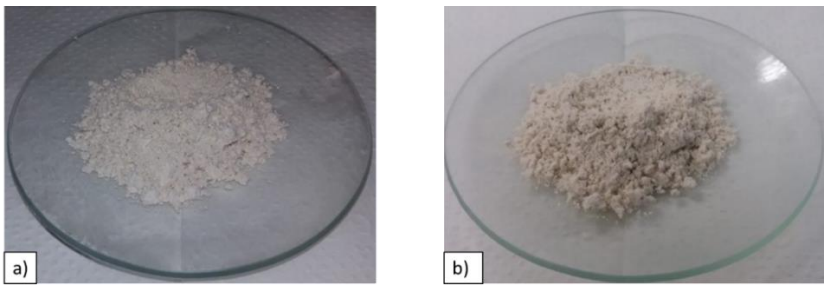


Figura 49 – Exemplo de aditivos naturais moídos a) curauá b) juta.

A infusão dos aditivos no material compósito foi feita através da técnica da sonicação dos aditivos diretamente na resina com o auxílio do sonicador ultrasônico QR500, Ultronique disponível no LADES, Fig. 50.



Figura 50 – Sonicador utilizado.

Fonte: EcoSonics, 2020

As porcentagens utilizadas foram de 1% e 3% em relação ao peso da resina + endurecedor para todos os casos (juta, curauá, vidro e TiO_2). Três parâmetros foram controlados durante sonicação: tempo, potência e nível (macro ou micro). A sonicação inicial foi nível macro a 25W de potência por 20 minutos e 10 minutos no nível micro para os casos de aditivos sintéticos. Para o caso dos aditivos naturais a potência foi elevada para 50W. O tratamento de sonicação ultrassônica é utilizado para estourar bolhas e quebrar as aglomerações dos aditivos.

O processo se iniciou com a mistura manual do aditivo com a resina somente, sem o endurecedor, previamente calculados, Fig. 51. Após isto, a solução foi posta no sonicador e o processo de sonicação foi feito, Fig. 52. Finalmente, a solução final foi unida ao endurecedor e homogeneizada manualmente lentamente antes do início da laminação manual, Fig. 53.



Figura 51 – Início da homogeneização manual entre aditivo e resina para o caso da juta.



Figura 52 – Solução no sonicador.

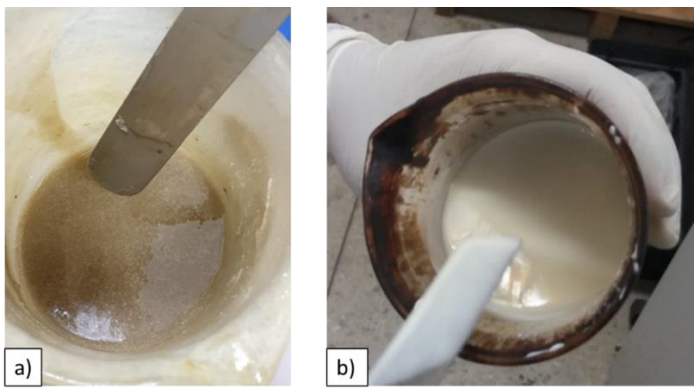


Figura 53 – Exemplos de solução homogeneizada final pronta para laminação a) juta b) TiO_2.

A Tabela 5 mostra a nomenclatura utilizada para os materiais compósitos reforçados com aditivos fabricados.

Tabela 5 – Nomenclatura dos materiais compósitos em função dos aditivos.

Nomenclatura	Aditivo	Conteúdo do aditivo (%)	Escala do aditivo
J-0 (JUTA PURA)	-	-	-
H-0 (V3J5V3, HÍBRIDO BASE)	-	-	-
HT-1%	TiO_2	1	Nano
HT-3%	TiO_2	3	Nano
HV-1%	Vidro	1	Micro
HV-3%	Vidro	3	Micro
HJ-1%	Juta	1	Micro
HJ-3%	Juta	3	Micro
HC-1%	Curauá	1	Micro
HC-3%	Curauá	3	Micro

3.5 Fabricação de espécimes tipo osso de cão (*dogbone*)

Espécimes estilo *dogbone* foram fabricados de modo a observar o efeito da sonicação nas características trativas da resina pura e da resina com adição de 3% de TiO_2. A geometria utilizada foi baseada na norma ASTM D 638. Um molde de aço foi utilizado. A cura foi feita similar aos compósitos híbridos reforçados com aditivos, porém um forno foi utilizado na mesma temperatura e tempo de cura. A geometria do espécime, projetado e final podem ser vistas na Fig. 54.

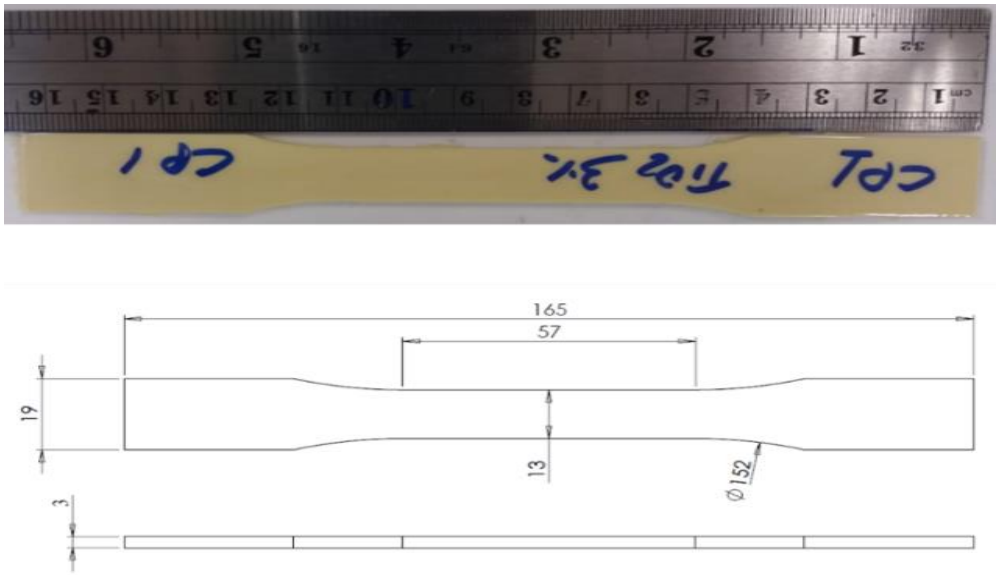


Figura 54 – Geometria do espécime *dogbone* utilizado (mm).

3.6 Fabricação de juntas coladas

A fabricação dos SLJs foi feita com o auxílio de um molde de aço assim como espaçadores de aço de modo a controlar a camada de sobreposição e a espessura da camada adesiva e evitar *spew fillets*, Fig. 55. Ambos o molde e espaçadores receberam tratamento com líquido desmoldante. A geometria do SLJ pode ser vista na Fig. 56. Os aderentes (substratos após aderidos), tiveram sua geometria mantida em 107,5x25 mm (CxL), e os espaçadores 95x25x4.2 mm (CxLxP). Isto manteve o comprimento da área colada em 12,5 mm. A espessura da camada adesiva foi mantida em 0,2 mm com a ajuda de espaçadores adicionais quando necessário (Helios Preisser, Alemanha 12,7x0,2 mm).

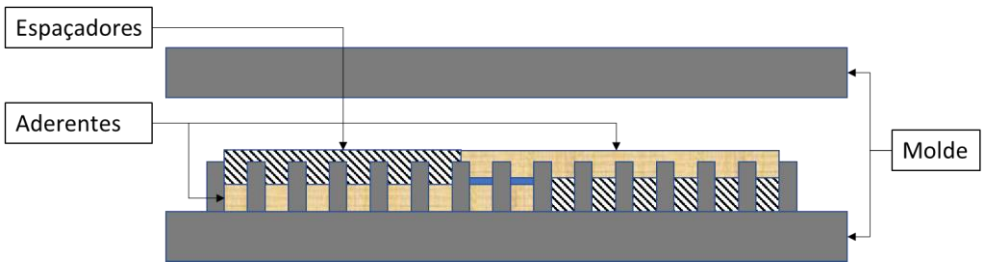


Figura 55 – Esquema da fabricação dos SLJs.

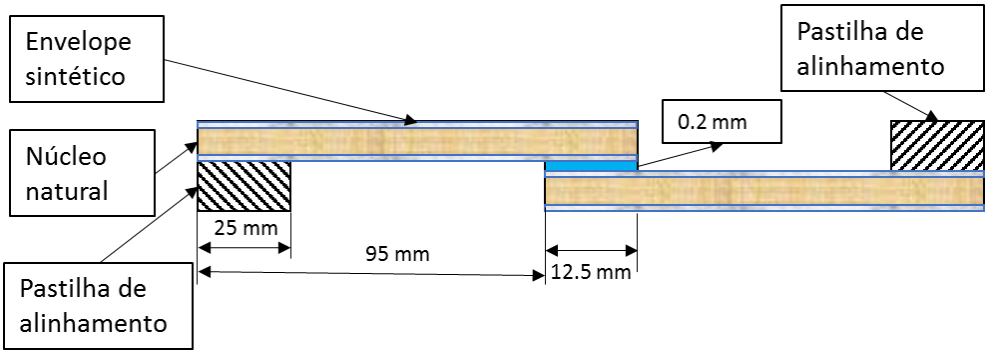


Figura 56 – Esquema de SLJ fabricada.

Pastilhas de alinhamento foram coladas nos extremos dos aderentes de modo a diminuir o efeito da excentricidade da aplicação da carga durante o ensaio, embora este efeito ainda exista e é relevante em termos da tensão de arrancamento. A Fig. 57 mostra todos os equipamentos utilizados para a fabricação da junta.

O procedimento se inicia com o tratamento superficial do substrato, com o uso de uma lixa de desbaste granulometria 100 na área a ser colada com o padrão de 45º e -45º referente ao eixo de simetria do comprimento do substrato. Isto é feito para melhorar a interação mecânica entre aderente e adesivo assim como melhorar a adesão química com a remoção de camada fina de agente desmoldante. Após esta etapa, a área desbastada mecanicamente é tratada quimicamente com acetona P.A (99% pureza) de modo a retirar toda e qualquer interferência química assim como evitar falhas adesivas.

O adesivo utilizado foi aplicado com o auxílio de um aplicador tubular de modo que o epóxi monômero e o endurecedor já são extraídos na concentração correta e homogeneizado manualmente, Fig. 58.

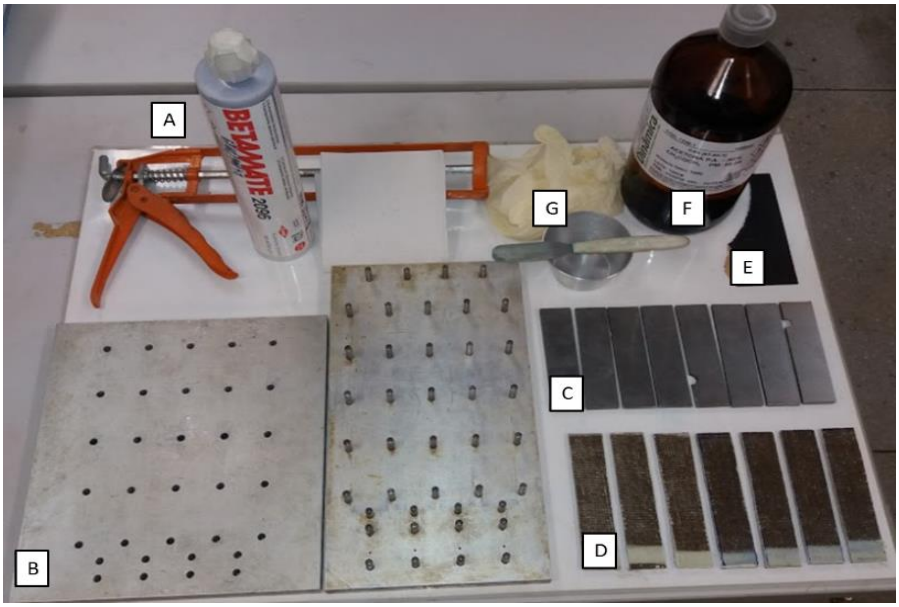


Figura 57 – Ferramentas utilizadas para a fabricação das juntas coladas: a) Adesivo estrutural e aplicador, b)molde de aço, c) espaçadores de aço, d) substratos, e) lixa 100, f) acetona P.A, g) luvas e ferramenta para homogeneização do adesivo.

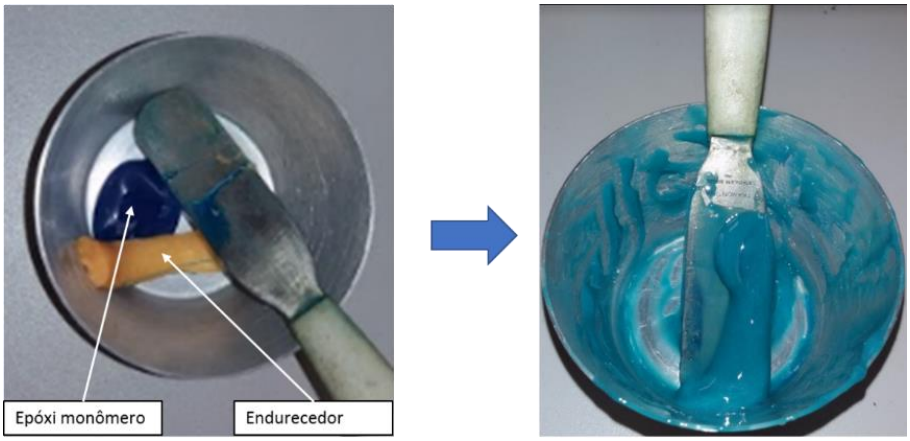


Figura 58 – Homogeneização do adesivo.

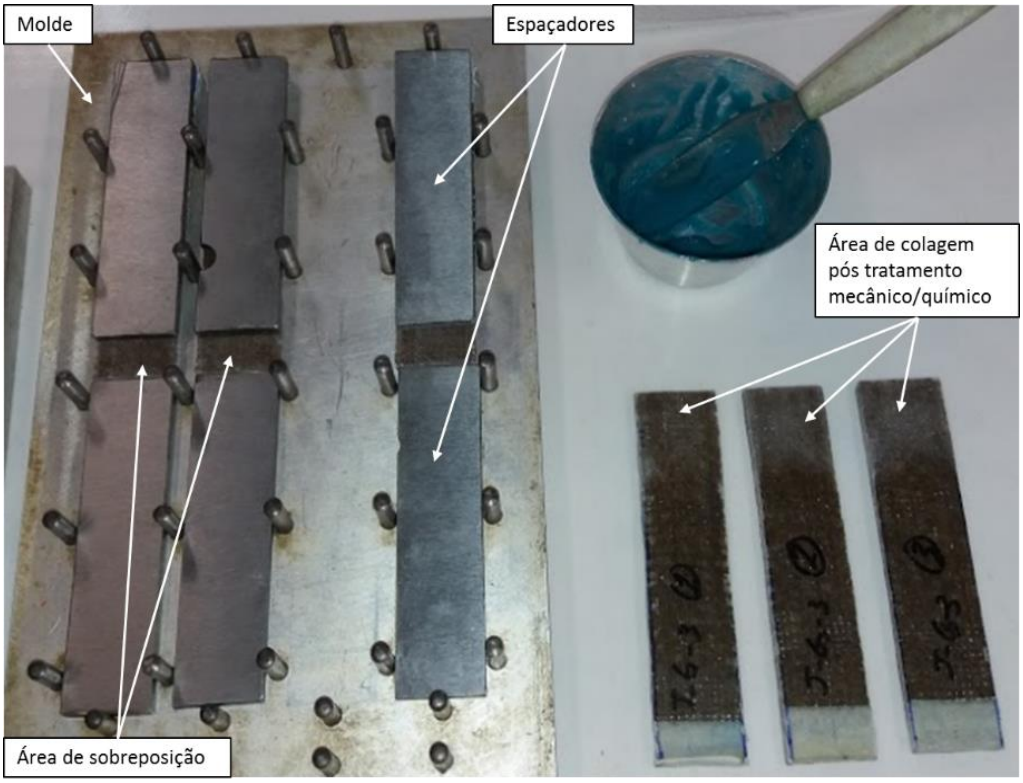


Figura 59 – Início da fabricação dos SLJs.

O início da fabricação dos SLJs se dá com a montagem do molde, aderentes inferiores e todos espaçadores e a homogeneização do adesivo, Fig. 59. Após isto, o adesivo é manualmente aplicado na área de sobreposição em ambos aderentes de modo a diminuir a chance de áreas pobres em adesivo, Fig. 60. O aderente superior é então colocado no molde de modo que qualquer bolha presa seja empurrada para a ponta e removida, Fig. 61. A Fig. 62 mostra um exemplo de um molde terminado e pronto para a cura na prensa enquanto a Fig. 63 mostra um exemplo de SLJs fabricadas. As juntas foram curadas na mesma prensa utilizada para fabricação dos compósitos, porém, a temperatura foi mantida em 60º C por 2 horas de acordo com o fabricante. Após curadas, as juntas tiveram o excesso de adesivo lateral removido com o auxílio de uma lixa rotativa, Fig. 64 e estão prontas para o ensaio.

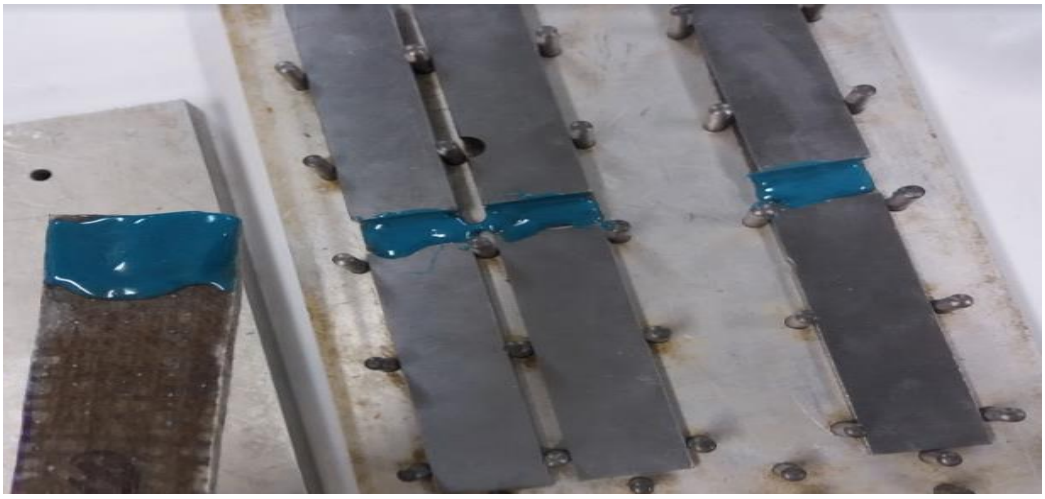


Figura 60 – Adesivo aplicado em ambas as áreas de sobreposição.

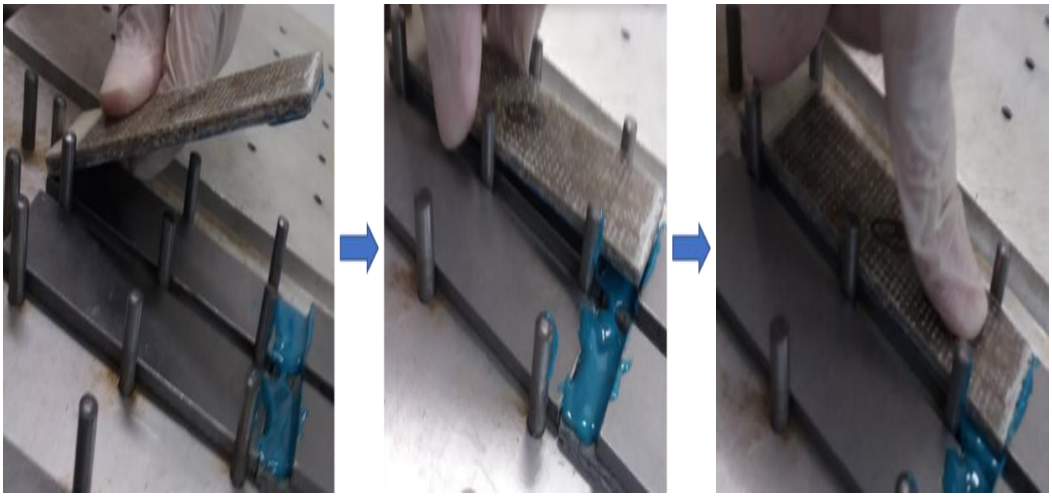


Figura 61 – Montagem do molde.



Figura 62 – Montagem do molde terminada.

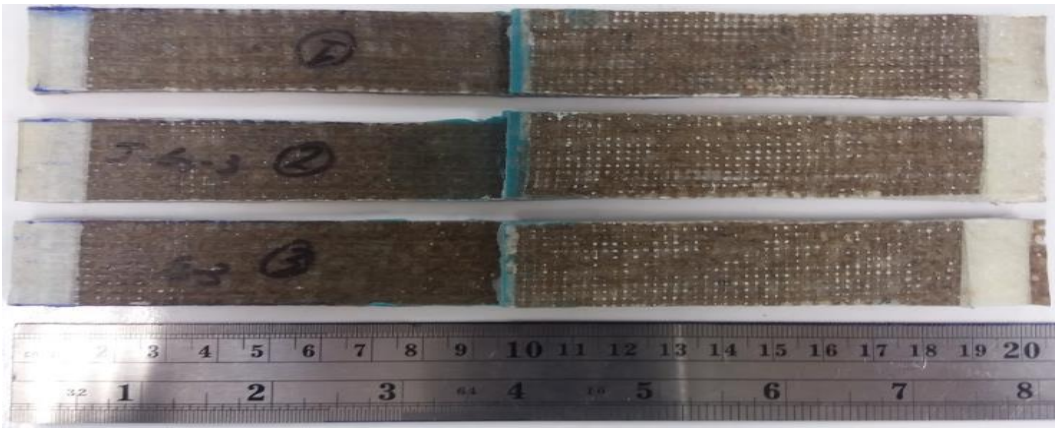


Figura 63 – Exemplo de SLJs fabricadas.

As juntas fabricadas receberam nomenclatura baseada no número de camadas de vidro de cada lado sendo $V_2J_5V_2$ e $V_3J_5V_3$ utilizado para os casos de 2 e 3 camadas respectivamente.

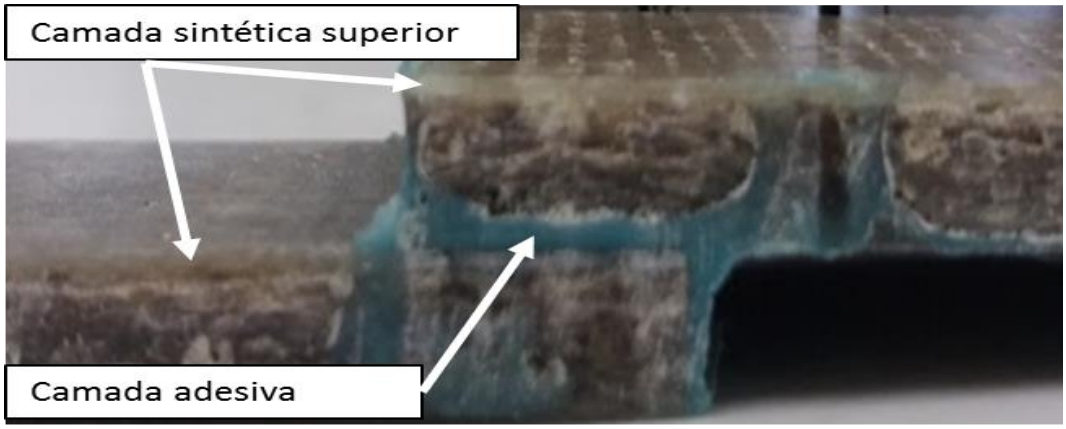


Figura 64 – Junta fabricada e com excesso de adesivo removido.

3.7 Ensaios

Foram feitos ensaios em tração, flexão e impacto Charpy assim como juntas coladas em tração. Foi utilizada uma máquina de tração INSTRON® 5966 (LADES/CEFET-RJ) assim máquina de impacto Charpy (LAMAT/CEFET-RJ).

3.7.1 Tração

Foi utilizada uma célula de carga de 10 kN e velocidade de 1 mm/min. A geometria do espécime de tração foi de 165x13,5x4 mm baseado na norma ASTM D 3039 assim como a geometria do espécime *dogbone* baseada na norma ASTD D 638 [46]. Tensão de ruptura foi calculada de acordo com os dados de deformação real adquiridos com extensômetro da máquina, Fig. 65. O comprimento útil entre as garras foi mantido em 102 mm.



Figura 65 – Exemplo de ensaio de tração.

3.7.2 Flexão

Foi utilizada uma célula de carga de 1 kN e velocidade de 1 mm/min. Os espécimes tiveram sua geometria baseada na norma ASTM D 7264 para a taxa comprimento/espessura de 1:32 e foi utilizado o sistema de flexão de três pontos da

máquina, Fig. 66.

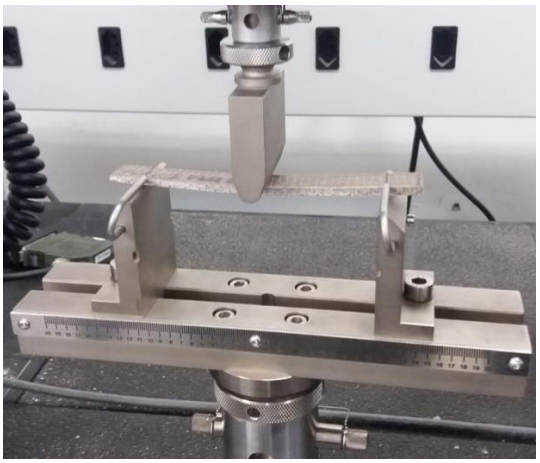


Figura 66 – Exemplo de ensaio de flexão.

3.7.3 Impacto

Foi utilizada a máquina de impacto WPS 30 (Leipzig, Alemanha) presente no LAMAT/CEFET-RJ com martelo de energia de 30 kgf e erro de 0,0075 kgf, Fig. 67. A geometria do espécime foi baseada na norma ASTM D 4812 de 80x13 mm.



Figura 67 – Máquina de impacto utilizada.

3.7.4 Ensaio de tração de junta colada

Foi utilizada uma célula de carga de 10 kN com velocidade de 1 mm/min. A geometria do espécime foi baseada na norma ASTM D 1002/5868 e pesquisas passadas. Os modos de falha foram analisados baseados na norma ASTM 5573. A Fig. 68 mostra um exemplo.

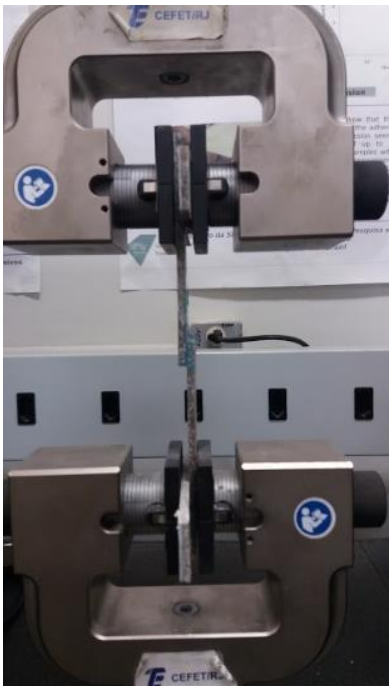


Figura 68 – Junta fabricada sendo ensaiada em tração.

4. Resultados e Discussão

Neste capítulo serão apresentados os resultados quantitativos provenientes dos ensaios de tração, flexão e impacto assim como tração de junta colada além dos resultados qualitativos oriundos da inspeção visual dos modos de falha de cada ensaio. Serão apresentados também resultados médios tratados estatisticamente (grupo de no mínimo 4) para cada caso estudado. A tensão em flexão assim como a deformação foram calculados de acordo com as fórmulas apresentadas na norma ASTM D 7264 (procedimento A).

4.1 Tração

Após os ensaios, os dados da máquina foram tratados a fim de serem apresentados na forma de um gráfico tensão-deformação. Estes dados receberam nomenclatura baseado no tipo de aditivo e porcentagem. A Fig. 69 mostra curvas representativas tensão-deformação dos materiais aderentes híbridos de 2 e 3 camadas de vidro enquanto a Tabela 6 mostra os dados médios.

O grupo controle é definido pelo compósito híbrido com 3 camadas de vidro de cada lado e sem nenhum aditivo. Todos outros grupos possuem a mesma base, porém, variam em termos de aditivo utilizado na resina. Curvas representativas tensão-deformação para o caso doe espécimes *dogbone* podem ser vistas na Fig. 70 enquanto os dados médios podem ser vistos na Tabela 7. Curvas representativas tensão-deformação para os compósitos híbridos reforçados com aditivos podem ser vistas na Fig. 71. As Figs. 72 a 74 apresentam os dados trativos médios com desvio padrão. A Tabela 8 apresenta os resultados numéricos gerais.

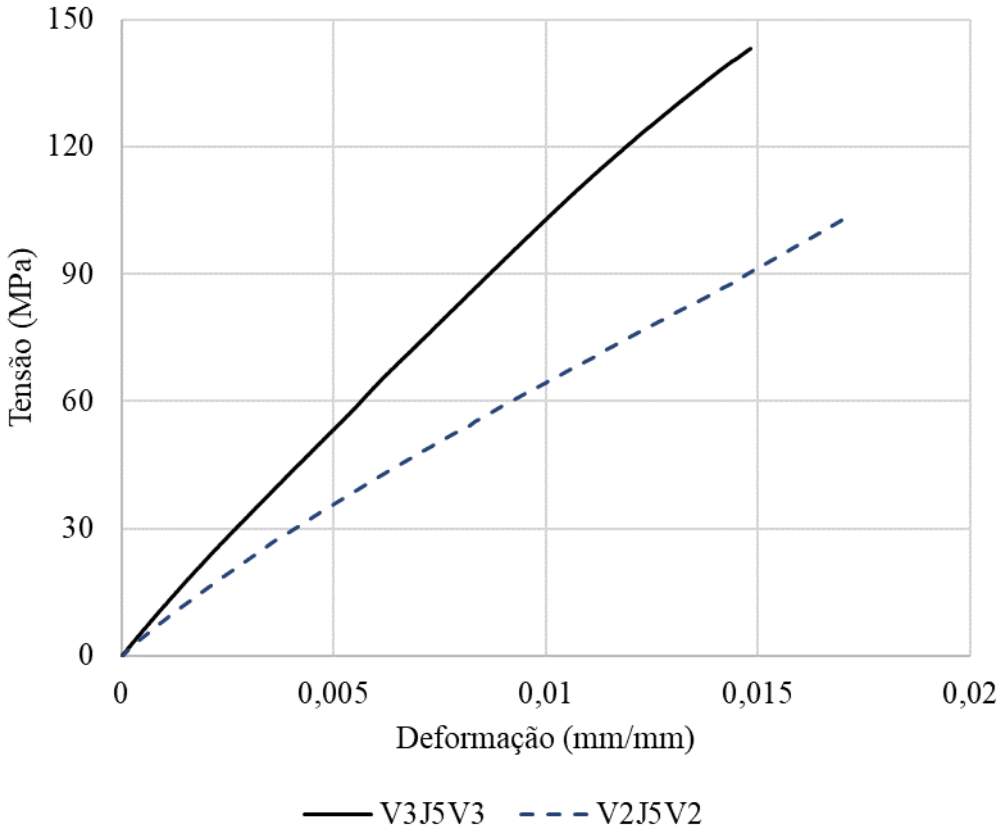


Figura 69: Curvas representativas tensão-deformação dos materiais aderentes híbridos.

Tabela 6: Dados trativos dos compósitos testados.

Aderente	Tensão de ruptura (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento (%)
VIDRO PURO	197,85 ± 19,54	20,16 ± 4,86	2,00
V3J5V3	136,30 ± 7,50	10,22 ± 0,24	1,45
V2J5V2	100,64 ± 2,39	7,48 ± 0,99	1,24
JUTA PURA	80,02 ± 10,70	7,86 ± 0,74	0,92

Através da Fig. 69, pode-se observar o efeito da hibridização interlaminar macro (número de camadas de vidro) nas propriedades trativas dos compósitos. Observa-se mudança de comportamento até a falha assim como rigidez e carga final. A Tabela 6 apresenta os dados quantitativos gerais incluindo os limites de comparação puramente sintéticos e puramente naturais, vidro e juta pura respectivamente. É observado um aumento significativo da tensão de ruptura e rigidez como função de número de camadas sintéticas de aprox. 27%. O aumento do alongamento é devido a maior ductilidade da

fibra de vidro.

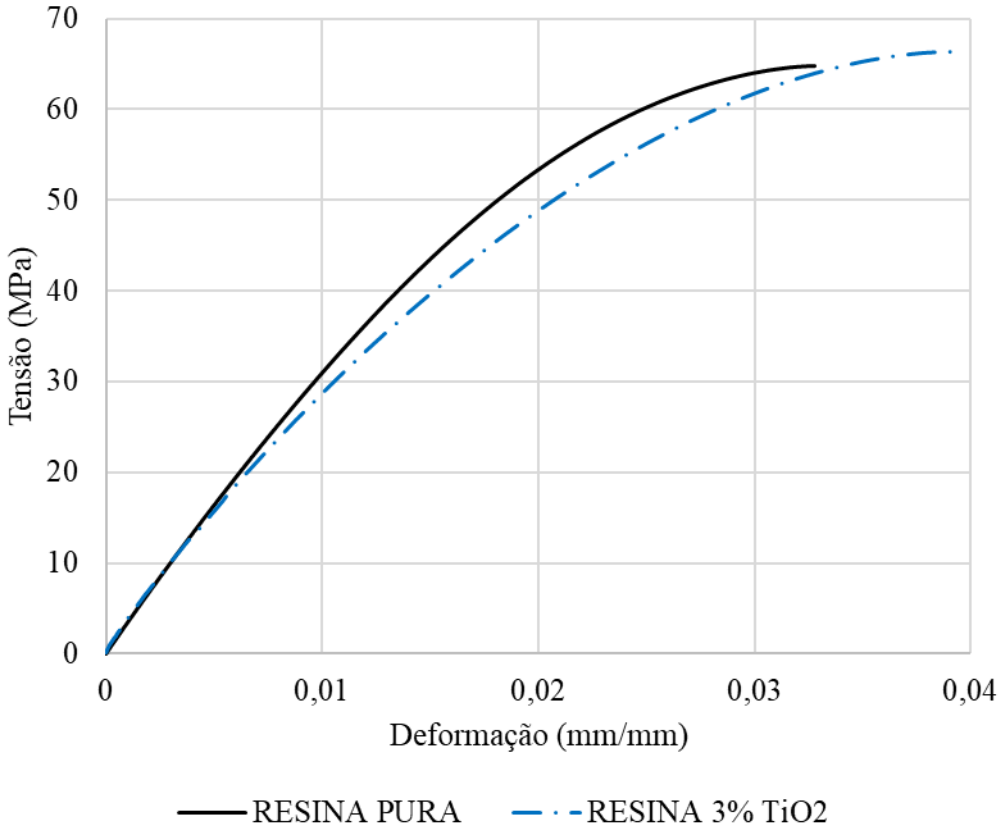


Figura 70 – Curvas representativas de tensão-deformação para a resina pura e resina 3% TiO_2.

Tabela 7 – Dados trativos calculados para a resina pura e resina 3% TiO_2.

COMPÓSITO	Resistência a tração (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento (%)
RESINA PURA	62,52 ± 2,31	3,02 ± 0,17	3,32
RESINA 3% TiO_2	63,90 ± 3,41	2,95 ± 0,21	3,26

Através da Fig. 70 observa-se pouca diferença no comportamento trativo geral em termos de rigidez, e pequena variação em carga na ruptura. Pela Tabela 7, é possível perceber estas pequenas variações em média. Logo, o processo de sonicação utilizado foi suficiente para a dispersão das nanopartículas de modo a evitar diminuições das características mecânicas para o caso resina + aditivo (sem reforço macro).

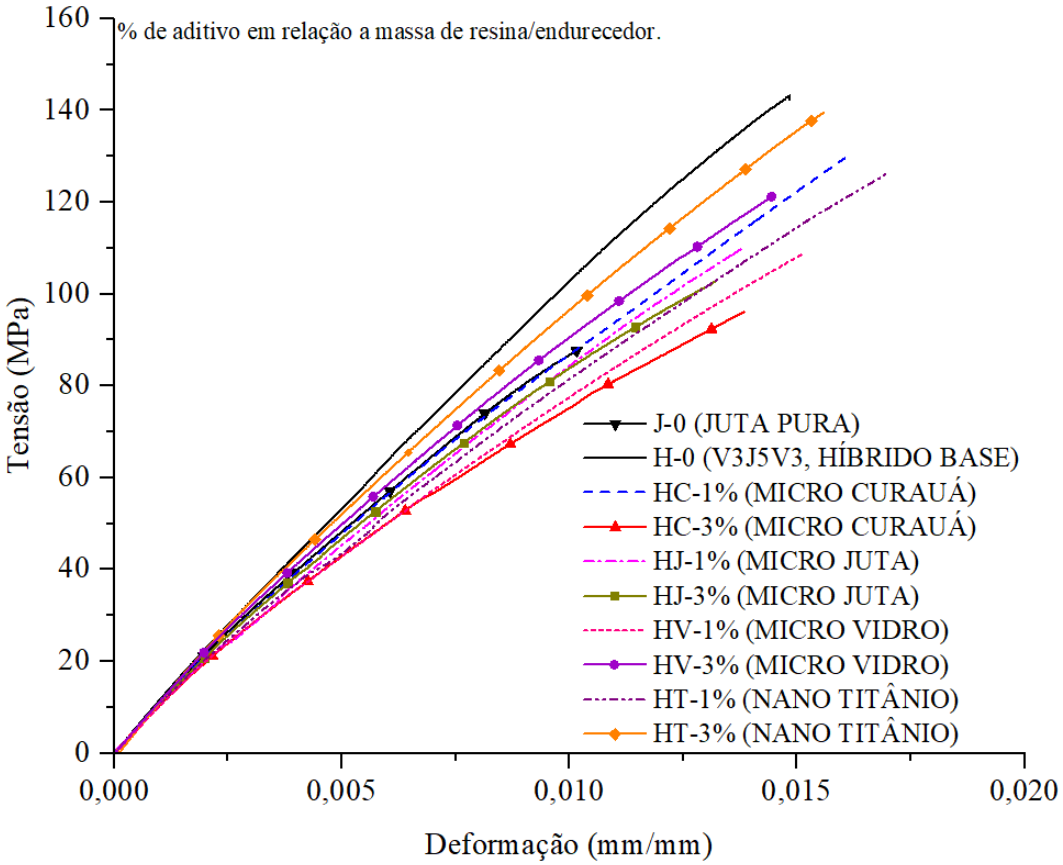


Figura 71 – Curvas representativas de tensão-deformação de todos os grupos.

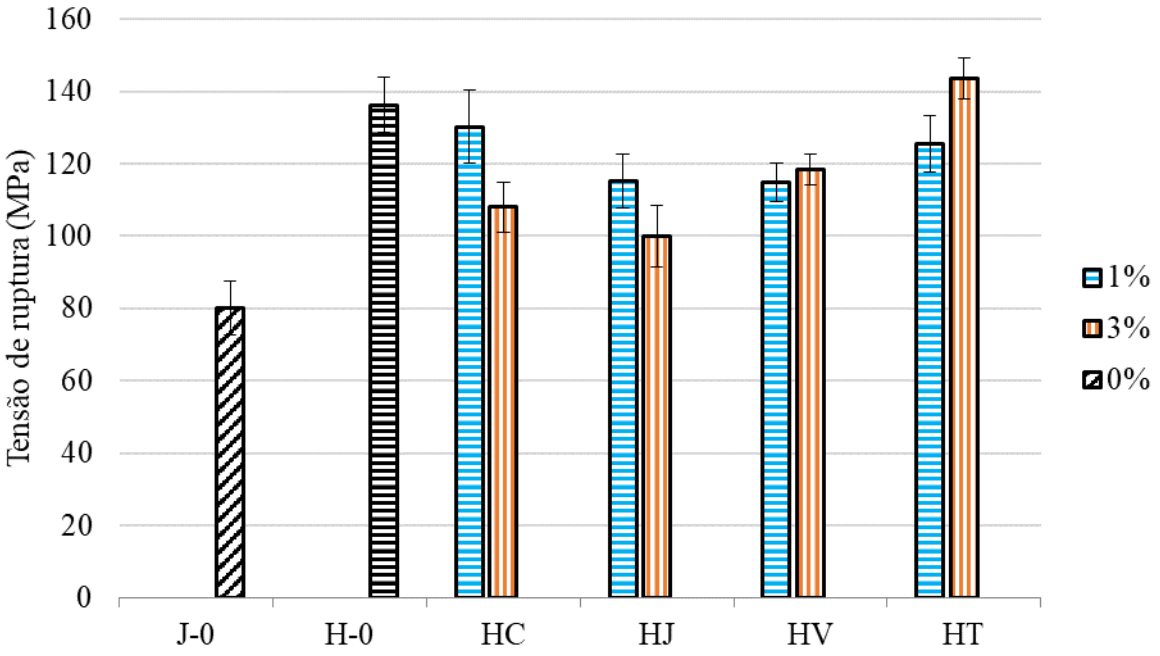


Figura 72 – Tensão de ruptura média dos compósitos em função dos aditivos.

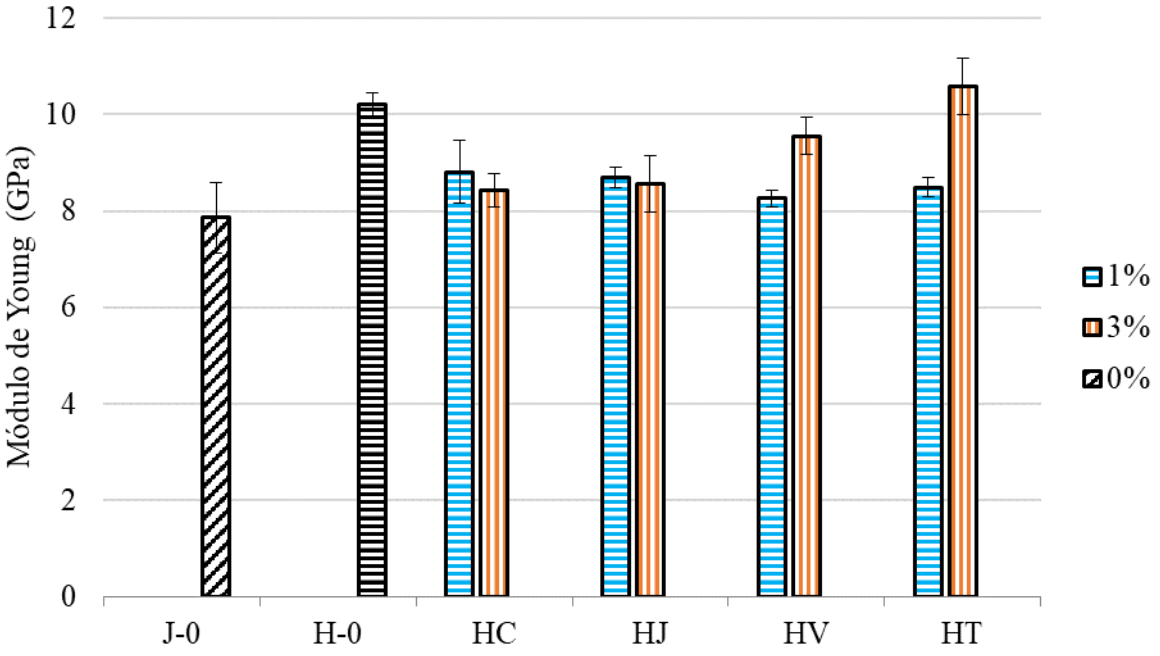


Figura 73 – Médias do módulo de Young dos compósitos em função dos aditivos.

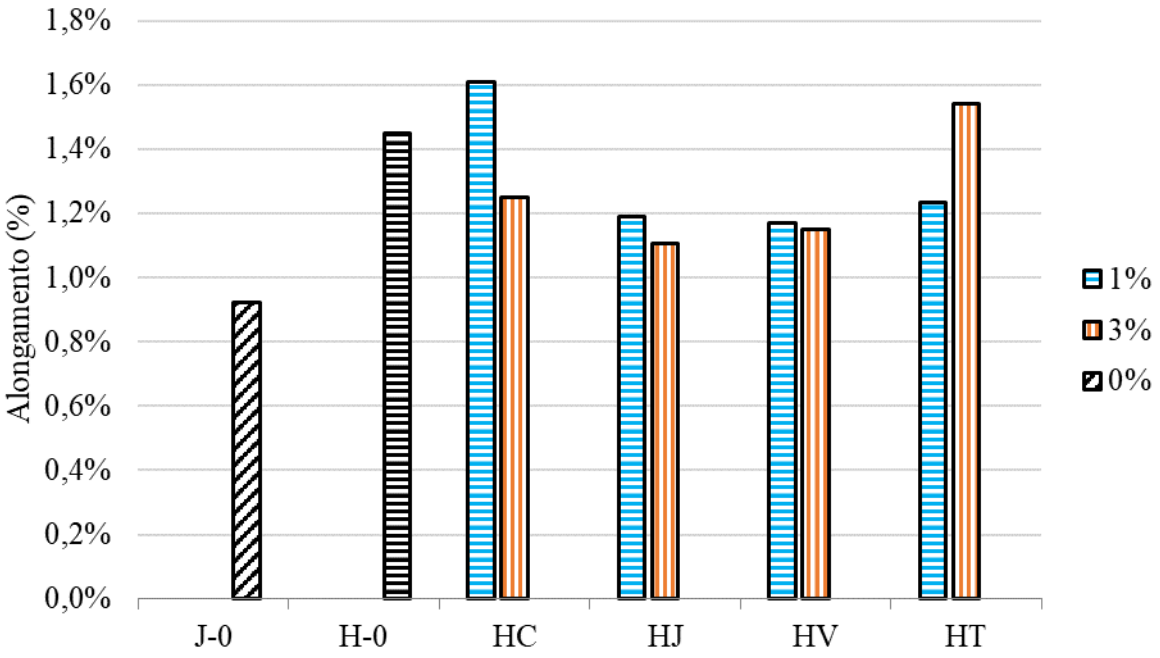


Figura 74 – Alongamento na ruptura para os compósitos em função dos aditivos.

Tabela 8 – Dados trativos dos compósitos em função dos aditivos.

COMPÓSITO	Tensão de ruptura (MPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento (%)
COMPÓSITOS BASE			
J-0	80,702 ± 10,70	7,86 ± 0,74	0,92
H-0	136,3 ± 7,5	10,24 ± 0,22	1,43
1% DE ADITIVO			
HV	114,8 ± 5,37	8,26 ± 0,18	1,17
HT	121,16 ± 7,77	8,49 ± 0,19	1,23
HJ	115,28 ± 7,35	8,69 ± 0,21	1,19
HC	124,41 ± 10,07	8,81 ± 0,65	1,61
3% DE ADITIVO			
HV	118,39 ± 4,21	9,56 ± 0,39	1,15
HT	143,52 ± 5,69	10,58 ± 0,60	1,54
HJ	95,31 ± 8,53	8,55 ± 0,58	1,11
HC	103,99 ± 6,89	8,42 ± 0,35	1,25

4.1.1 Efeito da hibridização multi-escala nas propriedades trativas do compósito de juta

Como esperado, a técnica de hibridização entre camadas melhorou significativamente as propriedades em tração dos compósitos (a resistência à tração do compósito híbrido base H-0 foi aumentada em aproximadamente 41%, o módulo de Young em aproximadamente 23%, enquanto o alongamento na ruptura aumentou cerca de 36%, quando comparado com a juta pura, J-0), Tabela 8. Essas melhorias devem-se às propriedades mecânicas mais elevadas do reforço sintético. Resultados semelhantes foram encontrados na literatura [47, 48]. Por exemplo, Ahmed e Vijayarangan [48] estudaram diferentes propriedades mecânicas para um compósito híbrido de poliéster reforçado com juta/fibra de vidro e encontraram um aumento de aprox. 53% e 30% na resistência à tração e módulo do compósito híbrido quando comparado aos compósitos de juta pura.

Ao adicionar mais aditivos aos compósitos híbridos, a resistência à tração aumentou em comparação com J-0, mas em uma proporção menor em comparação com

a hibridização em macro escala simples, Fig. 72. Para os grupos reforçados com 1% de conteúdo, maior resistência à tração na faixa de aprox. 30% a 35% foi observado, enquanto para os casos de 3%, esta faixa de realce foi de aprox. 16% a 44%.

A maior melhoria na resistência à tração foi encontrada para o caso nano titânio HT-3% (44,25%), enquanto a menor foi para a micro juta HJ-3% (16,05%). Da mesma forma, para a rigidez, uma faixa de melhoria de aprox. 7% a 10% para os casos de conteúdo de 1% e aprox. 6% a 25% para os grupos de 3% foi observada. Finalmente, o alongamento na ruptura apresentou aumentos significativos, para os casos de 1%, uma faixa de aprox. 21% a 42% foi relatada, enquanto para os casos de conteúdo de 3% a faixa de aprimoramento foi de aprox. 16% a 40%. O aumento mais significativo foi encontrado para o HT-3% (40,25%), enquanto o menor foi para o HJ-3% (16,69%), Tabela 8.

4.1.2 Efeito da natureza e do conteúdo do enchimento nas propriedades trativas dos compósitos de base híbrida (H-0)

Na Fig. 72 pode-se observar que a resistência à tração dos compósitos com aditivos foi afetada pelos reforços. Em geral, tendências negativas podem ser vistas quando os compósitos com aditivos são comparados com a base híbrida, H-0 em resistência à tração. No entanto, o caso nano titânio HT-3% apresentou um aumento de aprox. 5%. As maiores variações na resistência à tração em função da natureza do aditivo, para o conteúdo de 1%, foram observadas para o caso micro curauá, HC (pequenos aumentos de aproximadamente 8% e 3% em comparação ao micro vidro, HV e HT, respectivamente), Tabela 8. Para os espécimes de 3% de conteúdo de aditivo, uma tendência de aumento monotônico na resistência à tração foi observada em função da natureza do aditivo, de naturais para sintéticos. Na comparação do aditivo natural com natural, o caso HC apresentou um pequeno aumento na resistência à tração de aprox. 8% enquanto ambos os aditivos naturais apresentaram desempenho inferior em relação aos grupos sintéticos (o caso HV apresentou um aumento de aproximadamente 6% e 14% na resistência à tração em relação aos casos HC e HJ). Isto pode ser devido a uma ligação de interface partícula/matriz fraca [49].

O grupo HT, entretanto, apresentou a maior diferença, para os grupos com conteúdo de aditivo de 3%, na resistência à tração. Por exemplo, um aumento na resistência à tração de aprox. 28% em relação ao caso HC foi observado. Em comparação com o caso de HJ, uma melhoria semelhante de aprox. 34% foi observada, enquanto quando comparado ao caso HV um incremento de aprox. 23% foi visto, Fig. 72.

Em relação ao módulo de tração, (ver Fig. 73) pode ser observada uma tendência de pequena diminuição para o conteúdo de 1% em função da natureza de conteúdos naturais para sintéticas. Os grupos HC e HJ não apresentaram variação significativa entre si e nem os casos HV e HT. No entanto, os grupos de conteúdos naturais apresentaram um módulo de tração ligeiramente superior de 3 a 6%. Para o caso de conteúdo de 3%, a tendência observada no módulo de tração em função da natureza do conteúdo foi semelhante à resistência à tração, Tabela 8. Enquanto não foi observada variação significativa entre os aditivos naturais, os grupos reforçados com aditivo sintéticos apresentaram melhor desempenho. Para o caso HV, aumentos de aprox. 12% e 11% no módulo de tração quando comparados aos casos HC e HJ, foram observados respectivamente. Semelhante à resistência à tração, o caso HT apresentou o maior aumento no módulo de tração para o conteúdo de 3% (cerca de 10% quando comparado ao caso HV).

Pequenas variações nos valores de alongamento na ruptura em função da natureza e da escala do aditivo podem ser observadas na Fig. 74. Para os casos de conteúdo de aditivo de 1%, a variação mais notável foi para o grupo HC, enquanto para os casos de conteúdo de 3%, foi o caso de HT.

As variações na resistência à tração sugerem que a natureza do aditivo é um parâmetro importante a ser considerado, especialmente em um conteúdo de aditivo mais alto. A resistência à tração da poliamida 6,6 (PA 6,6) / poli (estireno-b- (etileno-co-butileno) -b-estireno) maleado (SEBS) foi reduzida pela adição de partículas de vidro [50]. Hejna et al. e Mostafa et al. [51, 52], também encontraram tendências significativamente negativas nas propriedades mecânicas de compósitos preenchidos e concluíram que o motivo foi o fato de que nenhum tratamento foi usado para os aditivos. Portanto, é óbvio que a adesão interfacial partícula/matriz tem um efeito proeminente na força de micro e nano-compósitos. Uma forte ligação interfacial entre os aditivos e a matriz polimérica é crítica para uma transferência de carga eficaz, levando a uma alta resistência do composto. Em resumo, para aditivos naturais é importante que tratamentos

mecânicos e químicos sejam aplicados a fim de reduzir aglomerações de aditivo e remover os grupos hidrofílicos.

Para uma determinada fração de volume de aditivo, a resistência do composto aumenta com a diminuição do tamanho das partículas. Partículas menores têm uma área de superfície total maior para um determinado conteúdo de partícula. Isso indica que a resistência aumenta com o aumento da área de superfície das partículas preenchidas por meio de um mecanismo de transferência de carga mais eficiente.

Ao comparar os compósitos reforçados com conteúdo de aditivo de 1% e 3%, diferentes tendências nas propriedades de tração podem ser vistas. Para o caso do HV, foi observada uma diminuição insignificante na resistência à tração (3,28%), possivelmente devido ao início da aglomeração devido ao aumento do conteúdo de aditivo. Para o caso HT, um aumento de aprox. 16% na resistência à tração foi encontrado pelo aumento do conteúdo de aditivo. Um aumento na resistência à tração para compósitos epóxi reforçados TiO_2 foi encontrado aumentando o conteúdo de aditivo de 2% para 10% em peso 32. Os efeitos negativos observados nas propriedades de tração são provavelmente devido à possível aglomeração e uma adesão mais fraca da interface aditivo/matriz devido à presença de grupos hidrofílicos. O aumento do conteúdo de aditivo apresentou resultados positivos para os compósitos reforçados com partículas sintéticas em termos de módulo de Young. Para o caso HV, um aumento no módulo de tração de aprox. 14%, enquanto para o caso HT um aumento de aprox. 20% foi encontrado, Tabela 8. Este aumento no módulo de tração para as nanopartículas sintéticas está de acordo com o que geralmente é observado na literatura [26].

4.2 Flexão

Após os ensaios, os dados da máquina foram tratados a fim de serem apresentados na forma de um gráfico tensão de flexão-deformação. Estes dados receberam nomenclatura baseado no tipo de aditivo e porcentagem. Curvas representativas tensão de flexão-deformação podem ser vistas na Fig. 75 enquanto a Tabela 9 apresenta os dados quantitativos em função do aditivo.

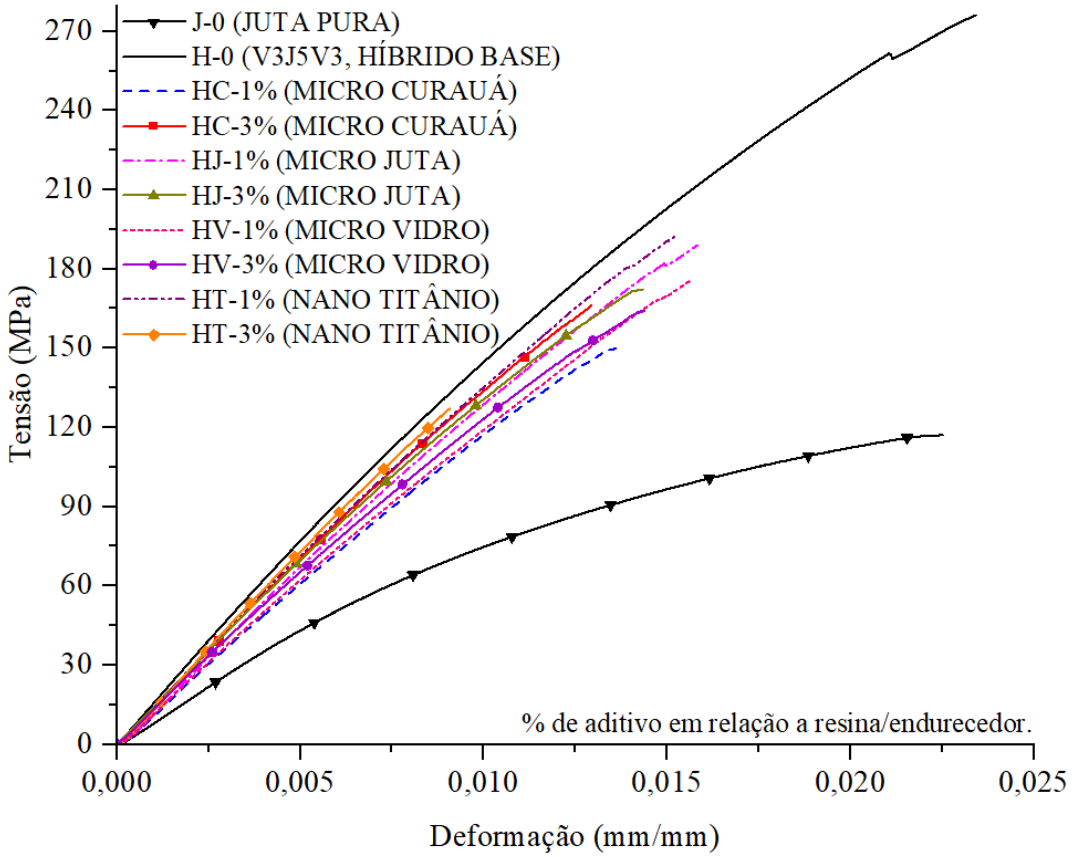


Figura 75 – Curvas representativas de tensão de flexão-deformação para todos os casos.

Tabela 9 – Dados flexurais dos compósitos em função dos aditivos.

COMPÓSITO	Tensão de ruptura (MPa)	Rigidez Flexural (GPa)	Alongamento (%)
COMPÓSITOS BASE			
J-0	103,73 ± 17,75	6,96 ± 1,30	2,64
H-0	284 ± 7,96	16 ± 0,42	2,3
1% DE ADITIVO			
HV	177,73 ± 9,26	14,16 ± 0,86	1,46
HT	177,61 ± 18,28	14,84 ± 0,94	1,43
HJ	185,06 ± 4,74	14,55 ± 0,04	1,83
HC	151,42 ± 6,00	13,67 ± 0,39	1,44
3% DE ADITIVO			
HV	168,40 ± 12,00	13,83 ± 0,43	2,08
HT	137,68 ± 10,26	15,04 ± 0,38	1,00
HJ	166,40 ± 12,40	13,09 ± 1,14	1,53
HC	164,58 ± 21,36	15,05 ± 0,57	1,56

4.2.1 Efeito da hibridização multi-escala

Semelhante às propriedades de tração, as propriedades de flexão também foram melhoradas pela técnica de hibridização interlaminar. Um aumento de 63,48% na resistência à flexão foi encontrado, enquanto o módulo de flexão foi aumentado em 56,46% quando a base híbrida, H-0, é comparada com a juta pura, J-0, Tabela 9. Foi demonstrado na literatura que maior resistência à flexão é obtida quando as fibras de vidro são utilizadas como camadas externas, envelopando as camadas de fibras naturais, devido ao fato de a resistência à flexão e rigidez serem controladas pelas camadas extremas de reforço [47, 48].

Ao adicionar mais aditivos aos compósitos híbridos, as propriedades de flexão dos espécimes modificados também aumentaram em comparação com J-0, mas em uma proporção menor em comparação com a hibridização em macroescala simples. Para os corpos de prova de 1%, um aumento na resistência à flexão variando de aprox. 31% a 43% foi observado, enquanto para os casos de 3%, melhorias de aprox. 24% a 38% foram

registradas, Tabela 9. O maior aumento na resistência à flexão foi encontrado para a micro juta, HJ-1%, (43,95%). Em contrapartida, a comparação com o micro curauá, HC-1%, revela um aumento de 31,5% na resistência à flexão. Isso pode ser explicado pelo fato de que a falha de flambagem da fibra de vidro foi facilitada no caso dos corpos de prova modificados das micro-aditivos de curauá.

Melhorias significativas também foram observadas em relação à rigidez flexural. Para os casos de 1%, melhorias na ordem de aprox. 49% a 53% foram vistas, enquanto para os casos de 3%, aumentos variando de aprox. 46% a 53% foram registrados. A maior melhora foi encontrada para o caso HC-3% (53,72%), enquanto a menor para o caso HJ-3% (46,79%), Tabela 9.

Finalmente, o alongamento flexural na ruptura foi afetado negativamente. Para os casos de 1%, diminuições no alongamento flexural na faixa de 44% a 84%, enquanto para os grupos de 3%, diminuições de 26% para 164% foram observadas. A diminuição mais acentuada no alongamento foi observada para o caso nano titânio, HT-3%, enquanto a mais baixa foi observada para o caso micro vidro, HV-3%, (26,92%). Esse comportamento pode ser explicado pelo fato de que os aditivos fizeram com que a primeira lâmina de fibra de vidro falhasse prematuramente sob compressão, provavelmente devido a aglomerações no espaço interlaminar.

De modo geral, os dados flexurais em tensão levam a crer que o efeito do reforço multi-escala foi significativamente deletério em todos os casos. Porém, em relação a rigidez flexural, a queda máxima reportada em relação ao híbrido base, H-0, foi de 18%. Isso demonstra que a falha prematura do espécime (tensão de flexão baixa) por compressão foi facilitada provavelmente por aglomeração ou interfase aditivo/matriz fragilizada por lignina e hemicelulose que agiram como catalisadores de nucleação de trinca. Quando a rigidez é analisada, observa-se uma estabilidade entre grupos maior em comparação com H-0, Tabela 9. Logo, embora efeitos deletérios foram observados em função da hibridização multi-escala, as propriedades materiais não sofreram tanto quanto aparenta os resultados em tensão flexural, que são sensíveis a fenomenologias de modos de falha (nucleação de trinca e flambagem da fibra de vidro).

4.2.2 Efeito da natureza e do conteúdo do aditivo nas propriedades de flexão dos compósitos híbridos (H-0)

Na Tabela 9, pode-se observar que a adição de reforços particulados teve efeitos significativos nas propriedades flexurais do compósito. Para os grupos de conteúdo de aditivo de 1%, o micro curauá, HC, apresentou uma diminuição da resistência à flexão em função da natureza e escala do aditivo em comparação com suas contrapartes, de aprox. 16%. Para os casos de conteúdo de aditivo de 3%, a única diminuição significativa foi observada para o caso HT (nano titânio) em relação às suas contrapartes (em aproximadamente 17%). Todos os compósitos reforçados com partículas apresentaram desempenho diminuído na resistência à flexão em relação ao H-0, com destaque para o HT-3%.

O módulo de flexão dos compósitos modificados teve uma variação insignificante em função da natureza e escala dos aditivos utilizados. Para os grupos de conteúdo de aditivo de 1%, houve uma pequena variação de aprox. 4% a 8% no módulo de flexão. Para os grupos de conteúdo de aditivo de 3%, a variação mais significativa em função da natureza do aditivo foi de aprox. 17% de HJ a HT (ver Tabela 9).

Se compararmos o módulo de flexão dos compósitos modificados com particulado com H-0, observa-se uma tendência decrescente semelhante à resistência à tração, porém menos significativa. Por exemplo, para os grupos de aditivo de 1%, tendências decrescentes entre 7% e 14% no módulo de flexão foram observadas, enquanto para os casos de aditivo de 3%, foram observadas entre 6% e 18%, Tabela 9. No geral, os efeitos negativos observados nas propriedades de flexão dos compósitos reforçados com aditivo podem ser ligados a uma diminuição na tensão de cisalhamento interlaminar (ILSS) das camadas sintéticas externas, devido à possível aglomeração do aditivo e fraca adesão do aditivo/matriz levando à concentração de tensão. Isso pode, em última análise, facilitar a deformação prematura da fibra dos tecidos de vidro sob compressão. Esta observação é apoiada pelos modos de falha, onde a zona de falha de compressão foi significativamente aumentada (ver Fig. 80c-d). Este efeito pode ser acompanhado por um aumento

significativo na tenacidade à fratura, mas é altamente dependente do conteúdo ideal de aditivo e da eficiência de homogeneização [53].

Foi demonstrado na literatura, que para nanopartículas esféricas de TiO_2 de 5 nm e sem modificação de superfície e conteúdo de aditivo de 2%, os efeitos no módulo de flexão foram negativos e nulos para a resistência à flexão.

Ao aumentar o conteúdo de aditivo de 1% para 3%, um aumento de aprox. 8% de resistência à flexão foi observado para o micro curauá HC. No entanto, para os outros casos, o efeito de aumentar o conteúdo de aditivo de 1% para 3% foi deletério (ou seja, para o caso de HJ, uma diminuição de aproximadamente 11% foi observada, enquanto para o micro vidro, HV, uma diminuição de aproximadamente 6% foi reportada) , Tabela 9. O caso HT apresentou a diminuição mais significativa da resistência à flexão em função do conteúdo de aditivo (cerca de 29%). Em relação ao módulo de flexão, houve uma variação insignificante em função do conteúdo de aditivo. Por exemplo, um aumento de aprox. 9% foi observado para o caso HC em função do conteúdo. Para o caso HJ, uma diminuição de aprox. 11% foi observada, enquanto para os casos HV e HT, uma diminuição insignificante de aprox. 2% e 1%, respectivamente. Essas tendências podem ser devido aos fatores de adesão e aglomerações discutidos anteriormente, mas também, o possível conteúdo de vazios aumenta com o aumento do conteúdo de aditivo [54].

4.3 Impacto

Após os ensaios, os dados da máquina foram tratados a fim de serem apresentados na forma de resistência ao impacto média. A Fig. 76 apresenta a resistência ao impacto calculada como função de aditivo.

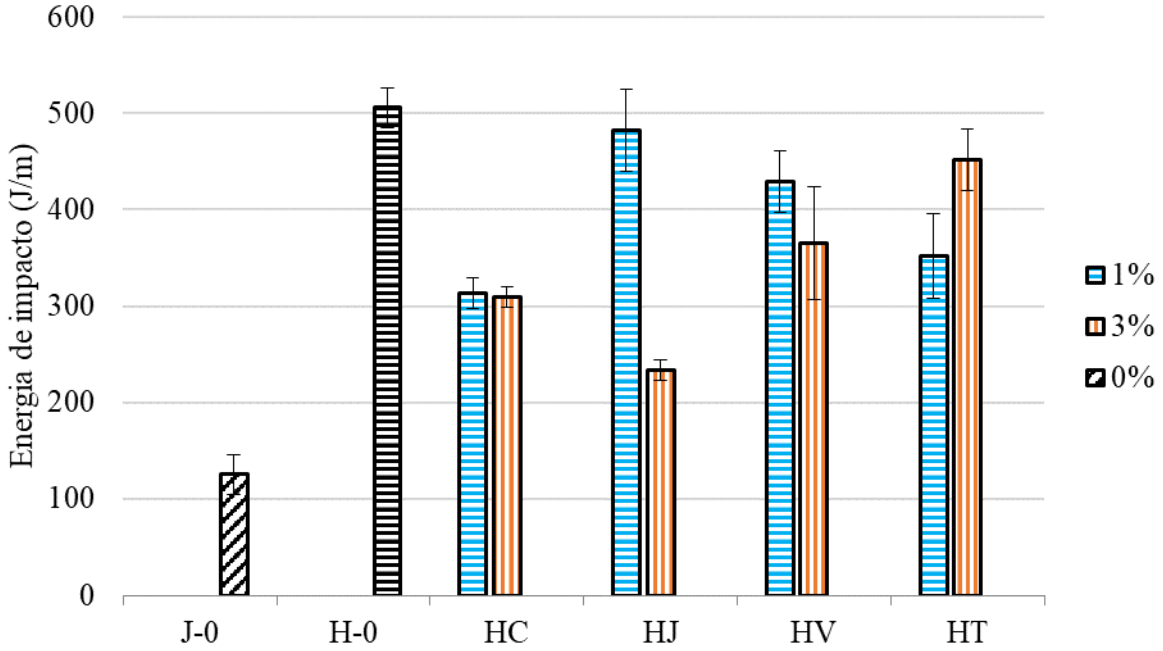


Figura 76 – Energia de impacto média com desvio padrão para todos os grupos.

4.3.1 Efeito da hibridização multi-escala nas propriedades de impacto dos compósitos de juta pura (J-0)

A técnica de hibridização interlaminar mostrou-se eficaz em aumentar a energia de impacto absorvida pelos compósitos (foi observado um aumento de aproximadamente 75% na resistência ao impacto ao comparar H-0 com J-0). Ao adicionar mais aditivo aos compósitos híbridos, a resistência ao impacto aumentou em comparação com J-0, mas em uma proporção menor em comparação com a hibridização em macroescala simples. Para os grupos reforçados com conteúdo de 1%, maior energia de impacto na faixa de aprox. 58% a 73% foi observado, enquanto para os casos de 3%, essa faixa de realce foi de aprox. 46% a 72%.

4.3.2 Efeito da natureza e do conteúdo do enchimento na resistência ao impacto dos compósitos híbridos (H-0)

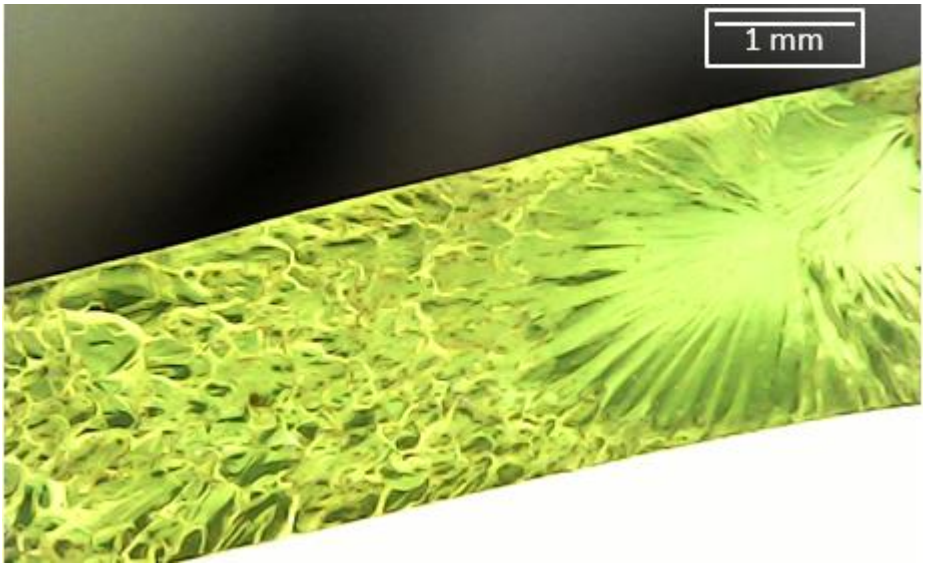
A resistência ao impacto de todos os compósitos com reforços particulados estudados aqui foram inferiores em comparação com o compósito de base híbrido. Se os compósitos modificados forem comparados em função da natureza do aditivo, para o conteúdo de 1%, o caso HJ apresentou a maior resistência ao impacto (semelhante ao compósito não modificado), enquanto o caso HC apresenta o menor valor. Para os casos de 3% de conteúdo de aditivo, ambos os compósitos modificados com aditivo sintético apresentaram desempenho de impacto aumentado em comparação com os casos de compósito modificado com particulado natural. O caso HT-3% apresentou um aumento na resistência ao impacto de aprox. 32% em comparação com HC-3% e 48% em comparação com HJ-3%. Para o caso HV-3%, melhorias semelhantes na resistência ao impacto foram observadas em função da natureza do enchimento de aprox. 15% em comparação com HC-3% e 36% em comparação com HJ-3%. Em contraste com os grupos de conteúdo de aditivo de 1%, o caso HJ-3% teve o valor mais baixo, enquanto o HT-3% o valor mais alto de resistência ao impacto. Isso pode ser explicado pelo fato de que a nanopartícula sintética apresentou adesão interfacial superior entre a fibra e a matriz (ver Fig. 81). Prasob et al. [55], mostraram que a área superficial das nanopartículas influencia a interação fibra/matriz, além da absorção de energia pelos compósitos.

4.4 Mecanismo de Falha

As amostras foram examinadas visualmente após os testes. Um microscópio eletrônico USB foi utilizado para confirmação do modo de falha através da ampliação de alguns casos.

4.4.1 Espécimes osso de cão (*dogbone*)

A Figura 77 apresenta um exemplo de ampliação para a falha de amostra do tipo osso de cão da resina pura, bem como um exemplo de superfície de falha para a resina + 3% de TiO_2. A partir da Fig. 77a, pode-se ver uma ampliação representativa da superfície de falha para a resina pura. Pode-se ver superfícies frágeis e lisas perto das bordas, provavelmente devido a concentrações de tensão nas bordas e vazios muito pequenos. Da borda em direção ao centro, um padrão estável de propagação de trincas dúcteis pode ser observado. Na Fig. 77b, uma superfície de falha representativa para o caso de resina + 3% TiO_2 pode ser vista. Variação significativa em função do aditivo é observada na superfície de falha. Superfícies mais suaves e linhas de rio pronunciadas e esbranquiçadas podem ser vistas. Isso indica estados de tensão-deformação mais altos ao longo dessas linhas, além de um comportamento mais frágil. Em relação aos valores das propriedades de tração, essas linhas observadas na Fig. 77b podem ser uma função de uma matriz de resina ainda dúctil, considerando que as propriedades mecânicas não variaram significativamente, Tabela 6.



a)



b)

Figura 77 – Superfícies de falha ampliadas representativas: a) resina pura, b) resina + 3% TiO_2.

4.4.2 Compósitos híbridos reforçados por aditivos

Em geral, o mecanismo de falha dominante foi a falha frágil catastrófica do núcleo da juta de 5 camadas. Era esperado que as fibras de juta apresentassem propriedades mecânicas mais baixas em comparação às fibras de vidro. Essa falha brusca abrupta do núcleo causou uma rápida transferência de carga para o envelope de fibra sintética, o que levou a uma falha parcial ou completa e a delaminação das camadas de vidro superior e inferior.

A Figura 78 apresenta um esquema da propagação de trincas de núcleo quebradiço das interfaces de fibra alto (AA) para baixo alongamento (BA). Esse mecanismo é uma função da sequência de empilhamento de fibra híbrida e, portanto, de interfaces de fibra de baixo e alto alongamento. As interfaces são pontos de origem de trincas devido à assimetria do estado de tensão-deformação [56]. Portanto, os aditivos podem atuar como concentradores de tensão na interface fibra/matriz AA-BA devido a uma possível aglomeração.

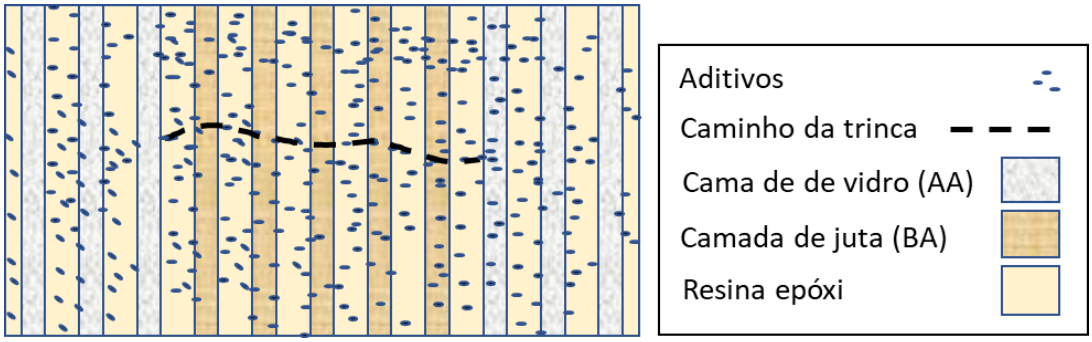


Figura 78 – Esquema do mecanismo de falha.

O mecanismo de falha dos corpos de prova de tração pode ser visto na Fig. 79. Na Fig. 79a, pode ser visto que o modo de falha dos compósitos J-0 foi frágil. Isso era esperado devido à natureza frágil das fibras de juta. Para os espécimes híbridos, o mecanismo de falha dominante foi a falha frágil catastrófica do núcleo de juta de 5 camadas. Como era de se esperar, as fibras de juta possuem propriedades mecânicas inferiores em comparação às fibras de vidro. Esta falha abrupta do núcleo frágil causou uma transferência rápida de carga para o envelope de fibra sintética, o que ainda levou à falha parcial ou completa e delaminação das camadas de vidro superior e inferior.

Para os espécimes modificados com aditivos a 1%, um padrão de delaminação diminuída, mas maior chance de falha do espécime, foi observado do caso H-0 para o caso de HC (de nano sintético para micro-aditivo natural), Fig 79b-f. No entanto, os valores de resistência à tração em função do reforço particulado foram todos significativamente inferiores aos dos corpos de prova H-0 e tiveram pouca variação entre si. Isso implica que, embora o modo de ruptura (macro) varie significativamente em função do reforço particulado para os casos de 1%, essa variação não se refletiu na resistência à tração. Além disso, observa-se também que os casos que apresentaram os valores de resistência mais próximos ao H-0 (HC-1% e HT-1%) também apresentaram o maior alongamento médio na ruptura. Isso sugere que a falha do núcleo natural, que é a falha dominante, ocorreu mais tarde no desenvolvimento de tensão-deformação, indicando uma melhor adesão partícula/matriz para o caso HC-1%. Para todos os casos de 3% de conteúdo de enchimento, não foi observada delaminação. Todos os grupos apresentaram falha frágil do núcleo e subsequente falha parcial ou completa das fibras de vidro da superfície (ver Fig. 79g-j).

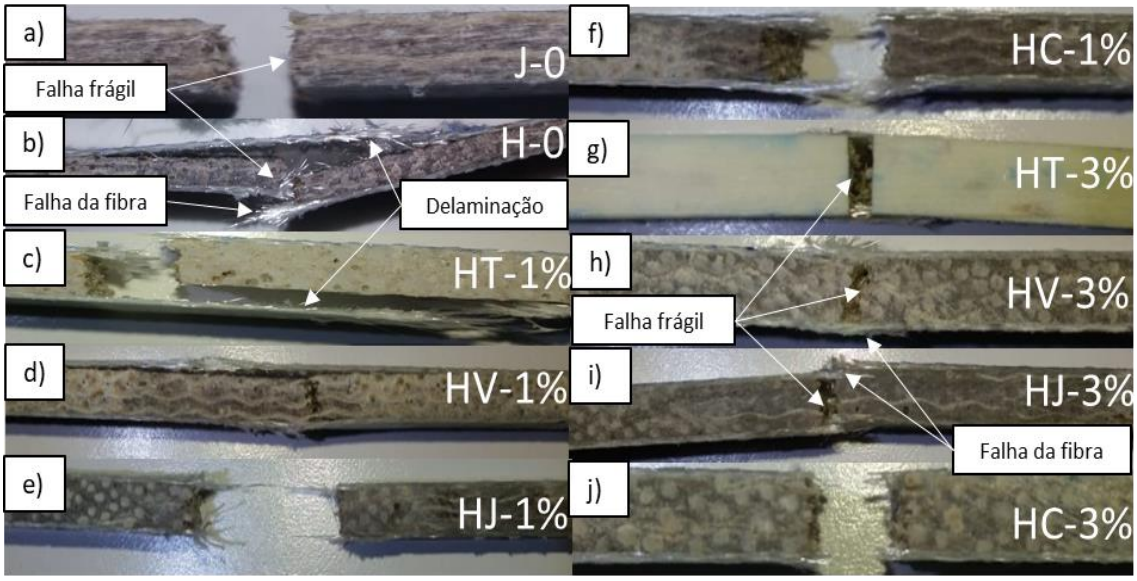


Figura 79 – Modos de falha representativos em tração: a) J-0, b) H-0, c) HT-1%, d) HV-1%, e) HJ-1%, f) HC-1%, g) HT-3%, h) HV-3%, i) HJ-3%, j) HC-3%.

Modos de falha representativos dos espécimes de flexão podem ser vistos na Fig. 80. Os espécimes J-0 apresentaram uma falha mista de falha em tração (face inferior) assim como trinca interlaminar visível na seção (Fig. 80a). Para os espécimes híbridos base, H-0, o mecanismo de falha dominante foi a falha compressiva devido à deformação da fibra da superfície da camada de vidro (ver Fig 80b). Isso era esperado, já que a resistência à tração dos compósitos epóxi de fibra de vidro é maior que a de compressão [57]. Um modo misto entre falhas de compressão (superior) e de tração (inferior) foi observado para os casos HV-3%, HJ-1% (ver Fig 80c, d). Isso sugere que com esses conteúdos de aditivo, a interface sintética inferior é afetada negativamente e a resistência à tração da camada de fibra de vidro é diminuída. Os corpos-de-prova HT (1% e 3%) apresentaram falhas de flexão semelhantes aos corpos-de-prova H-0 (Fig. 80a), por isso não são apresentados aqui.

Como discutido na seção 4.2.1, os dados quantitativos de tensão em flexão não são representativos do efeito do reforço multi-escala nas propriedades gerais dos compósitos, pois estes são sensíveis ao modo de falha. Observa-se aqui que em comparação ao híbrido base, H-0, todas as falhas por compressão dos casos reforçados com particulado apresentaram uma área afetada (esbranquiçada) na face superior muito mais extensa. Isso leva a crer que nas camadas superiores perto da superfície existiam

concentradores de tensão como aglomerados e pontos de interfase fraca que provavelmente foram catalisadores para a falha por compressão das fibras de vidro. Uma vez que a fibra sob compressão tende a rotacionar (flambagem), a matriz ao redor fragilizada falhará antes o que gera um dado numérico em tensão de flexão inferior.

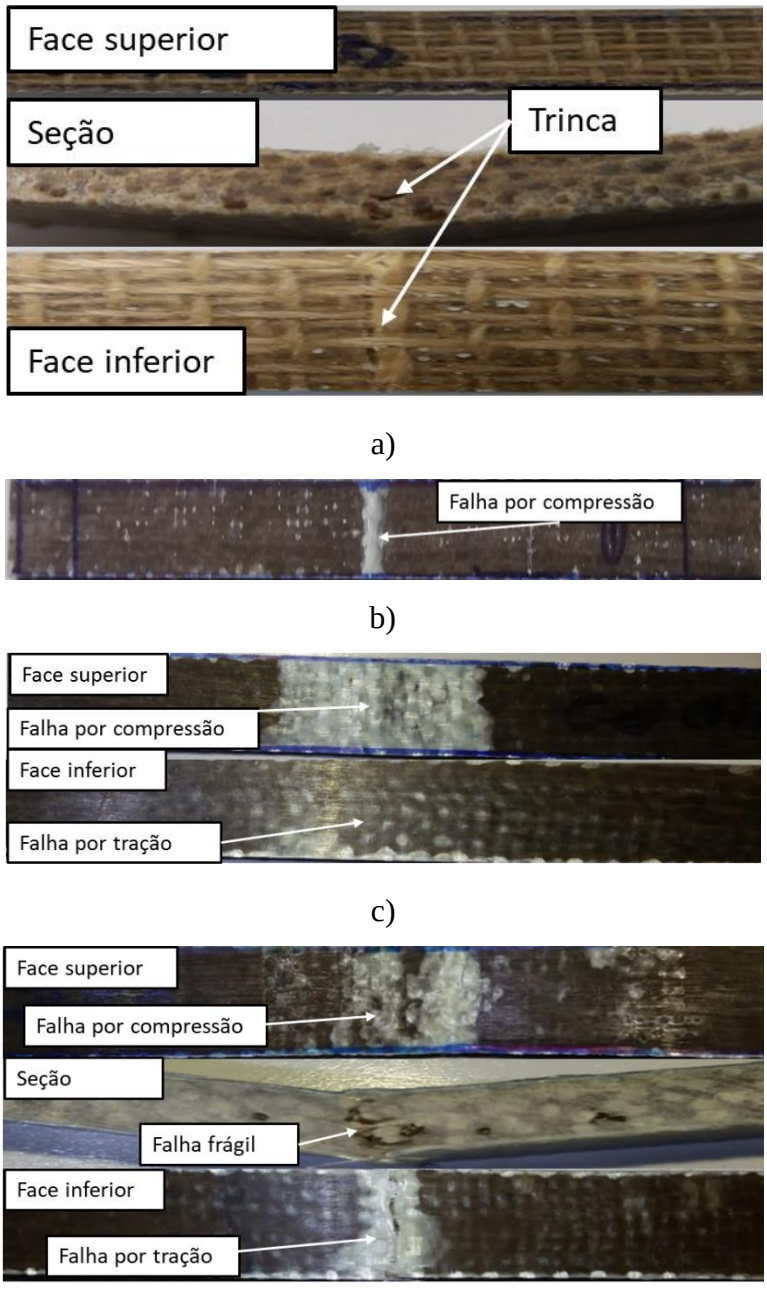
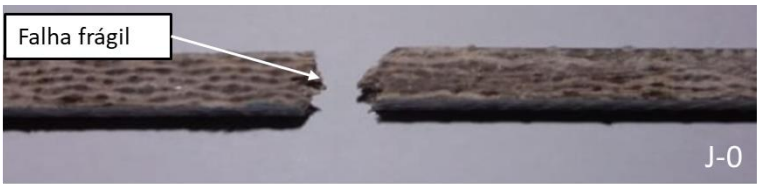
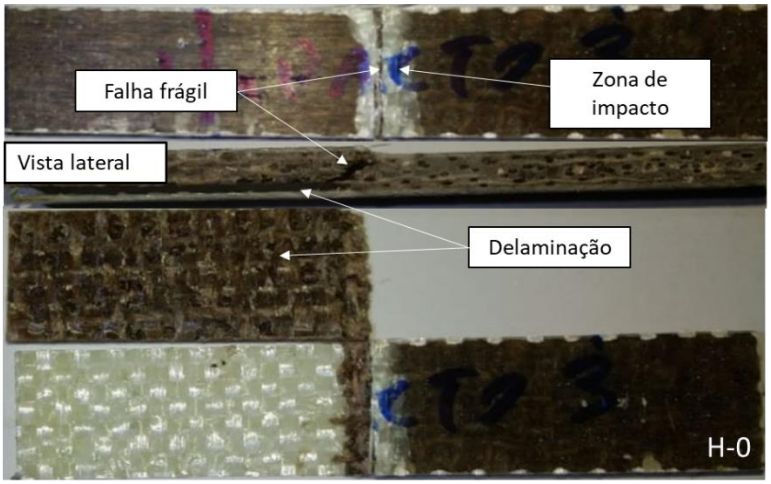


Figura 80 – Modos de falha em flexão representativos: a) J-0, b) H-0, c) HV-3%, d) HJ-1%.

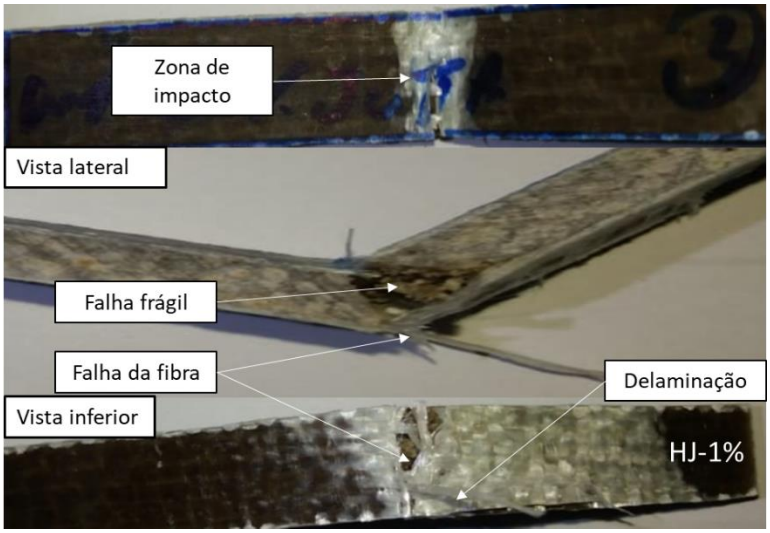
Modos de falha representativos para as amostras de teste de impacto podem ser vistos na Fig. 81. O J-0 apresentou falha completa da amostra (ver Fig. 81a). Os corpos de prova H-0 apresentaram falha do corpo de prova juntamente com uma delaminação significativa de um dos lados sintéticos, indicando um caminho de trinca frágil próximo à interface natural/sintética (ver Fig. 81b). A falha das amostras HV-1% foi semelhante a H-0 e por esta razão não são mostradas aqui. Todos os outros casos apresentaram uma fissura frágil no núcleo da juta, bem como zonas de impacto mais elevadas (área branca) do que o H-0 (ver por exemplo o modo de falha do HJ-1% na Fig. 81c).



a)



b)



c)

Figura 81 – Modos de falha de impacto representativos: a) J-0, b) H-0, c) HJ-1%.

4.5 Juntas coladas

4.5.1 Modos de falha

Os modos de falha de juntas coladas de compósitos podem ocorrer tanto no aderente (isto é, falha da fibra, falha de fibra leve, falha coesiva de camada fina e falha de quebra de aderente), na interface aderente/adesiva (falha adesiva) ou dentro da camada adesiva (falha coesiva). Falha da fibra leve (LFT) e falhas coesivas de camada fina (TLC) são definidas como falhas coesivas próximas da interface. LFT é definido como a presença de uma camada adesiva espessa de um lado e nenhum adesivo do outro com alguma resina de superfície e poucas fibras removidas da interface. Por outro lado, a TLC é definida como uma camada espessa de adesivo de um lado e uma camada adesiva muito fina do outro. A ruptura da fibra também é chamada de delaminação e é definida como uma remoção de fibra mais grave e disseminada e falhas de feixe. Também é comum a observação de modos mistos, onde qualquer um dos modos de falha pode ocorrer paralelamente.

A Figura 82 apresenta modos de falha representativos para todas as juntas estudadas. Na Fig. 82a, pode-se observar que o modo de falha dos SLJs V2J5V2 apresentou uma mistura de LFT, TLC e ruptura da fibra (delaminação). Para os SLJs V3J5V3 (ver Fig. 82b), pode ser visto que a maioria da superfície de falha foi dominada por falha coesiva, misturada com TLC. A Fig. 82c mostra o modo de falha dos SLJs GFRP, onde LFT generalizado pode ser visto. Finalmente, na Fig. 82d-e, pode-se observar a quebra de aderente do grupo JFRP. A diferença significativa, em termos de modo de falha, de GFRP e JFRP, deve-se ao fato da fibra de juta e seu compósito serem mais frágeis. Isso, por sua vez, significa que o JFRP é menos capaz de girar sua borda para compensar o aumento da tensão de destacamento causado pela excentricidade da carga em um teste de tração SLJ.

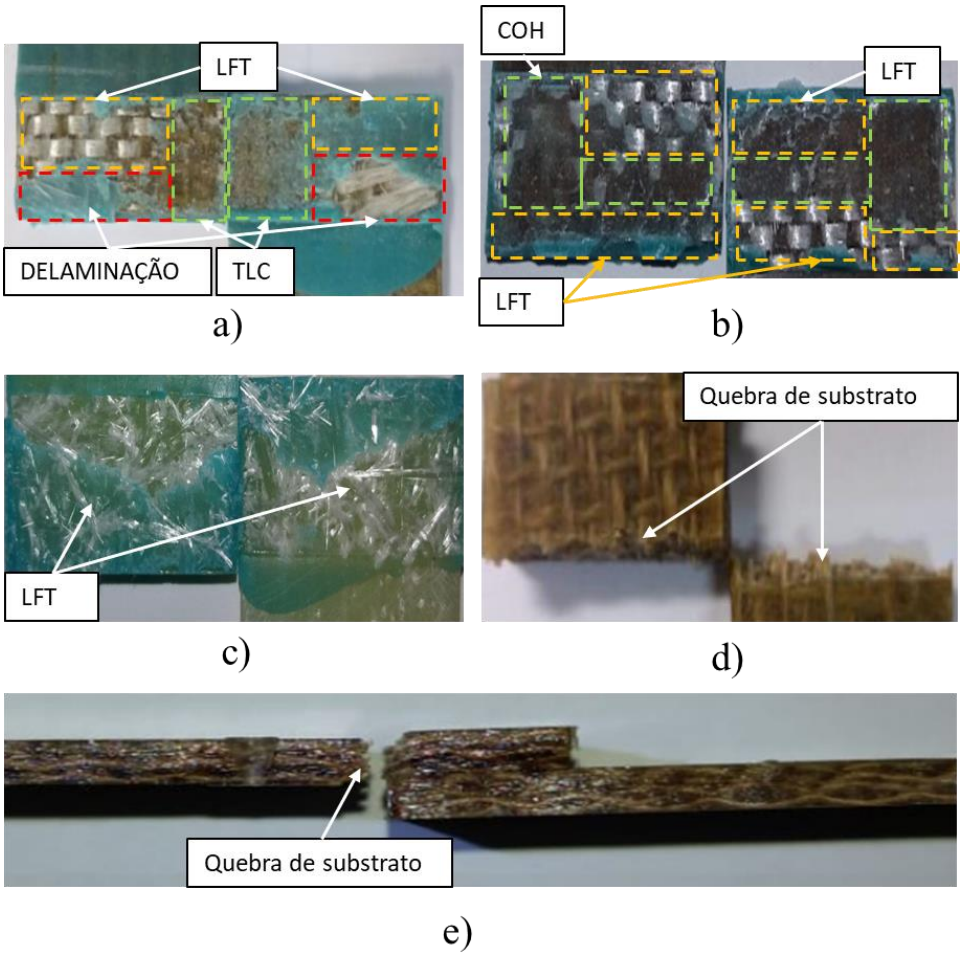


Figura 82: Modos de falha representativos das juntas coladas: a) V2J5V2, b) V3J5V3, c) VIDRO, d) JUTA (vista de topo) e e) JUTA (vista lateral).

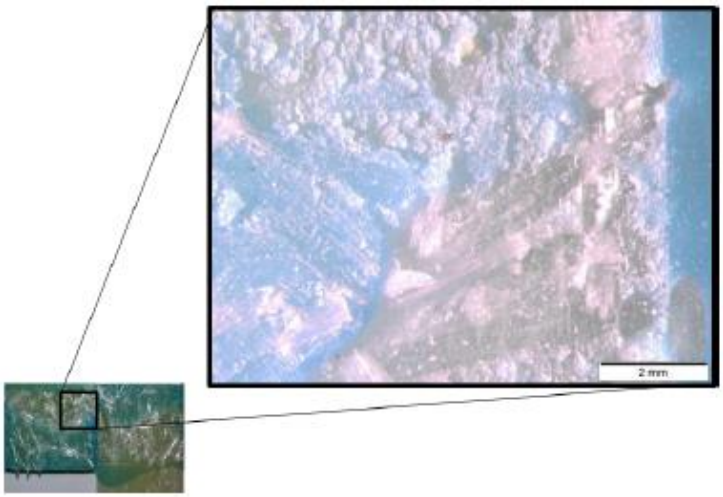
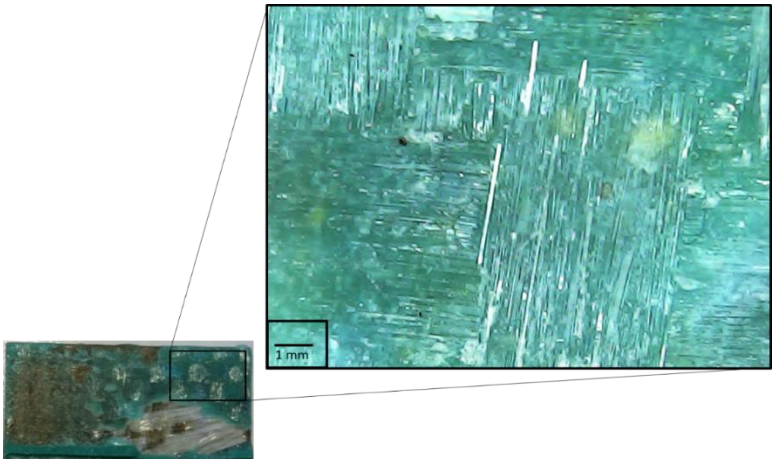
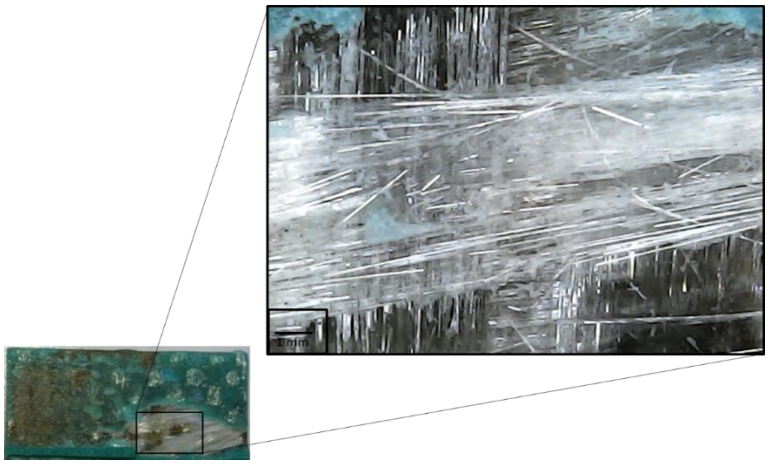


Figura 83: Imagem de microscópio representativa da falha do VIDRO.

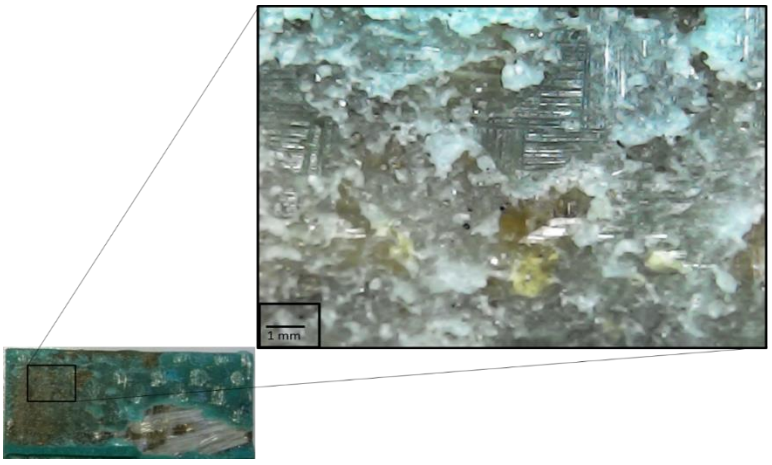
Para maiores esclarecimentos sobre o modo de falha das juntas, um microscópio eletrônico foi usado para determinar mais precisamente os modos de falha e as zonas de transição. Na Fig. 83, é possível ver o modo de falha LFT que é característico de uma junta colada VIDRO. Adesivo com alguma remoção de fibra superficial é visível, bem como a remoção de resina superficial. O tecido de vidro bidirecional subjacente, entretanto, não é visível, indicando que essa falha ocorre muito perto da interface. O caminho da trinca representa duas frentes LFT de cada borda de sobreposição que se encontram no meio com uma zona de transição extremamente estreita. Este modo de falha é consistente com o que foi previamente observado na literatura [58, 59]. A Figura 84 apresenta uma vista detalhada da superfície de falha da junta com ligação de 2 camadas híbrida. Pode-se observar na Fig. 84a, zona superior direita da superfície de falha de 2 camadas do híbrido, que cerca de 25% da área, foi dominada por um modo LFT generalizado. Isso se deve à nítida remoção da resina superficial do outro aderente, com a delaminação de algumas fibras individuais. Também podem ser vistas as direções de urdidura/trama (*warp/weft*) fracas do tecido bidirecional. Da Fig. 84b, pode-se observar a zona abaixo da zona discutida anteriormente. Esta zona é dominada por uma falha generalizada de delaminação (ruptura da fibra). As fibras da primeira e da segunda camadas foram delaminadas, indicando um estado significativo de tensão de arrancamento.



a)



b)

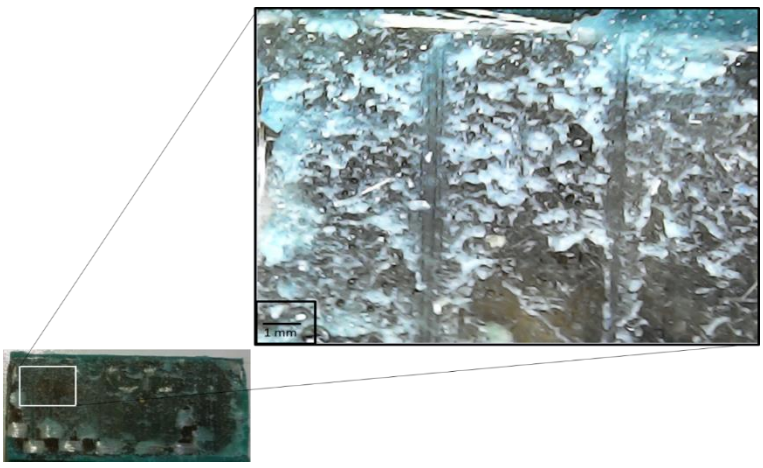


c)

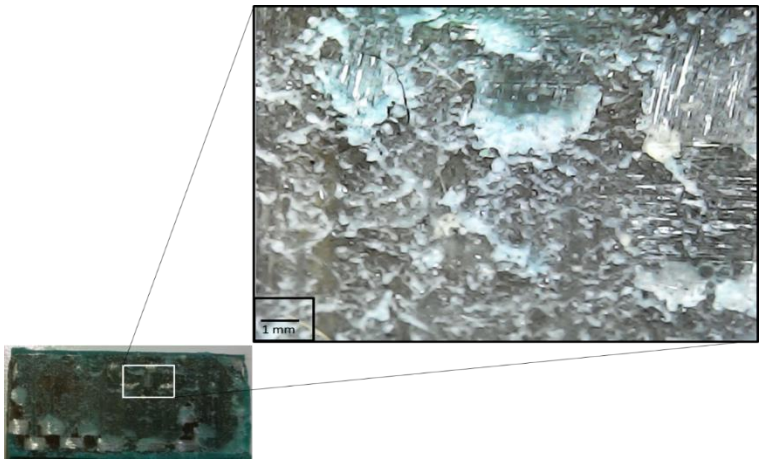
Figura 84 – Vista aumentada de algumas áreas para o caso de duas camadas: a) LFT generalizado, b) delaminação generalizada e c) modo misto TLC/LFT.

Finalmente, pela Fig. 84c, pode-se ver que a metade esquerda da superfície de falha apresentou um modo de falha misto TLC/LFT. Isto é devido a presença de adesivo mais leve e à matriz visível por baixo, bem como à resina de superfície puxada com a direção da urdidura e trama do lado oposto ao aderente. É digno de nota que uma zona de transição estreita é evidente entre as zonas discutidas na Fig. 84a e c. Em outras palavras, toda a superfície de falha estava próxima à interface adesivo/aderente, o que significa que a trinca se propagou quase inteiramente na interfase multimaterial, em vez do que coesivo dentro do adesivo, que é um caminho de menor energia. Em comparação com o modo de falha do VIDRO , um padrão de urdidura/trama tênue, mas aparente, é visível, indicando que o caminho da trinca ocorreu mais perto do aderente.

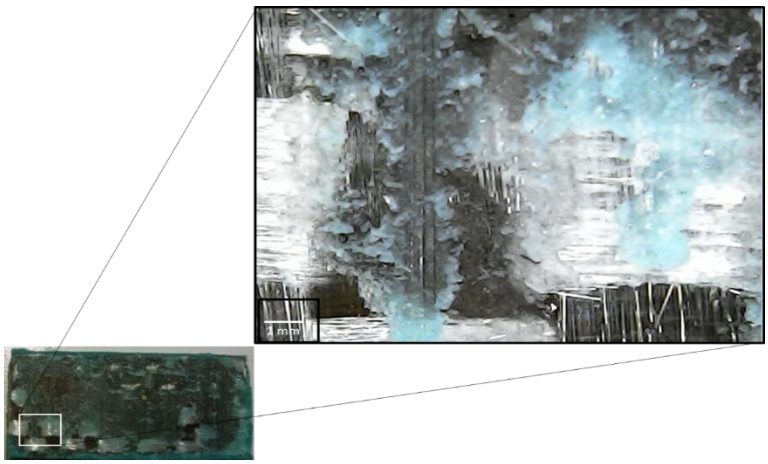
A Figura 85 apresenta detalhes de ampliação da superfície de falha da junta de 3 camadas híbrida (V3J5V3). Pode ser visto que ocorreu uma propagação de trinca coesiva estável (ver Fig. 85a). Este também é um comportamento dúctil, conforme representado pela progressão ondulada em vez de uma superfície lisa. A Figura 85b apresenta um modo de falha coesiva mais orientado para LFT (misto), devido a uma densidade adesiva menor na superfície e resina puxada visível e poucas fibras superficiais delaminadas. A Figura 85c apresenta a forma mais severa do modo misto TLC/LFT observada no caso, definida por uma remoção de resina de feixe de fibra superficial mais significativa e delaminação da fibra. Isso se deve a tensões de descolamento mais altas perto da borda de sobreposição. Em geral, a principal diferença no modo de falha em função do número de camadas sintéticas foi devido a falhas mais próximas da interface e bolsões de delaminação generalizada no caso híbrido de 2 camadas.



a)



b)

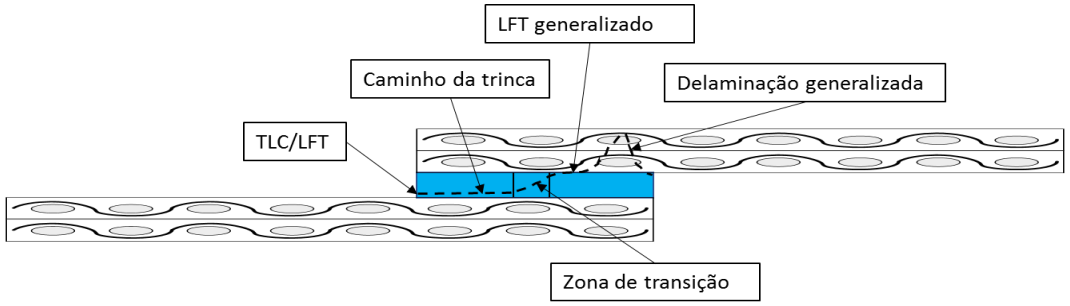


c)

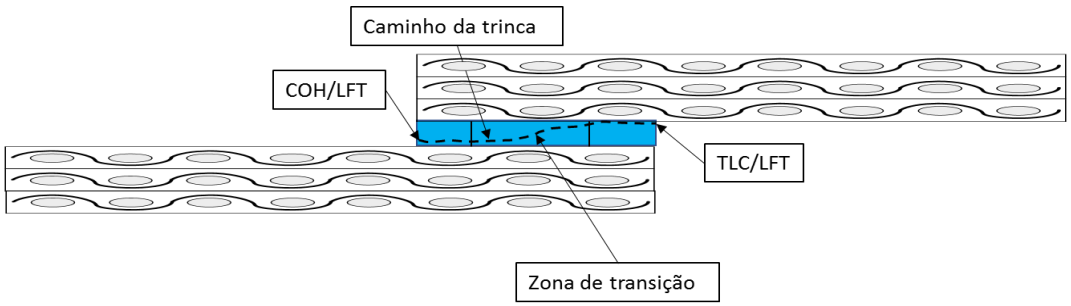
Figura 85 – Vista aumentada de algumas áreas para o caso de três camadas: a) COH, b) COH/LFT e c) modo misto TLC/LFT.

A Figura 86 apresenta um esquema do trajeto geral da trinca em função do envelope sintético. Pode ser visto na Fig. 86a que o caminho geral de trinca para a junta de 2 camadas híbrida seguiu um TLC/LFT inicial modos mistos perto da interface de um dos aderentes seguido por uma pequena zona de transição coesiva através da camada adesiva em direção a interface do aderente oposto. Lá, os modos de falha mudaram para um LFT generalizado e delaminação em todo o superfície de falha. Essa delaminação penetrou em ambas as camadas sintéticas. Para a junta de 3 camadas híbrida, a Fig. 86b

mostra o caminho geral da trinca. O caminho começou próximo à interface de um dos aderentes com um modo misto COH/LFT, progredindo para uma zona de transição coesiva relativamente grande em direção à interface adesivo/aderente do aderente oposto. Finalmente, terminou com um modo misto TLC/LFT próximo à interface.



a)



b)

Figura 86 – Esquema do caminho da trinca: a) caso 2 camadas, b) caso 3 camadas.

4.5.2 Efeito do tipo de aderente na performance da junta colada.

Curvas representativas de força-deslocamento para os casos híbridos e exemplos de juntas puramente sintéticas e naturais podem ser vistas na Fig. 87 enquanto a Fig. 88 mostra os dados de força de ruptura médios com desvio padrão. A Tabela 10 apresenta os dados médios quantitativos dos ensaios de junta colada. Finalmente, a Fig. 89 apresenta uma comparação entre massa do aderente e força de ruptura da junta colada.

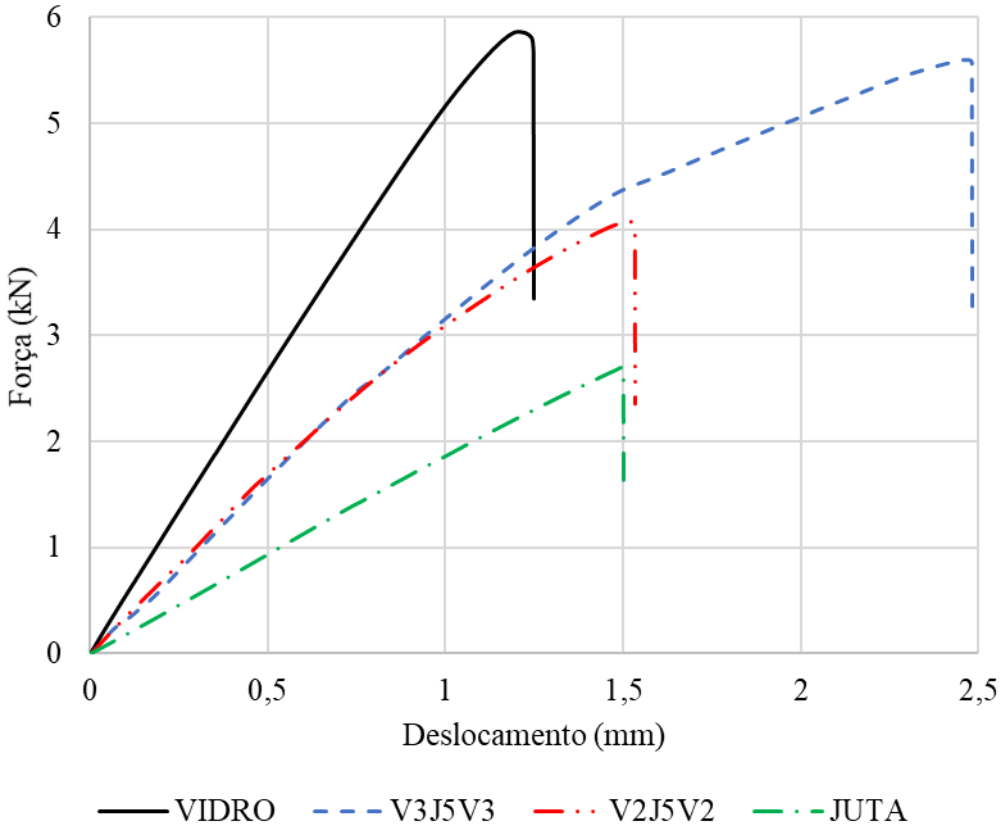


Figura 87 – Curvas representativas de força-deslocamento para os casos híbridos e exemplos de juntas puramente sintéticas e naturais.

Pode-se observar que o desempenho das juntas variou significativamente como função do tipo de aderente, Fig. 87. Isso é explicado pela diferença nas propriedades do material do aderente (ver Tabela 6). A junta de juta pura, apresentou a menor carga de ruptura, como esperado, como os aderentes de juta pura tiveram as propriedades mais baixas e os SLJs falharam nos aderentes (ver Fig. 82d-e). Os SLJs híbridos de 2 camadas apresentaram uma melhora na carga de falha média quando comparados a juta pura de aprox. 27%, enquanto os SLJs híbridos de 3 camadas apresentaram um aumento de carga de falha de aprox. 48% quando comparado a juta, Tabela 10. Além disso, se o desempenho de SLJs híbridos for comparado, verificou-se que a carga de falha dos SLJs híbridos foi significativamente afetada pelo número de camadas sintéticas (ou seja, um aumento na carga de falha média de aproximadamente 28% foi encontrado quando o híbrido 3-camadas SLJ é comparada à junta de 2 camadas, Fig. 88).

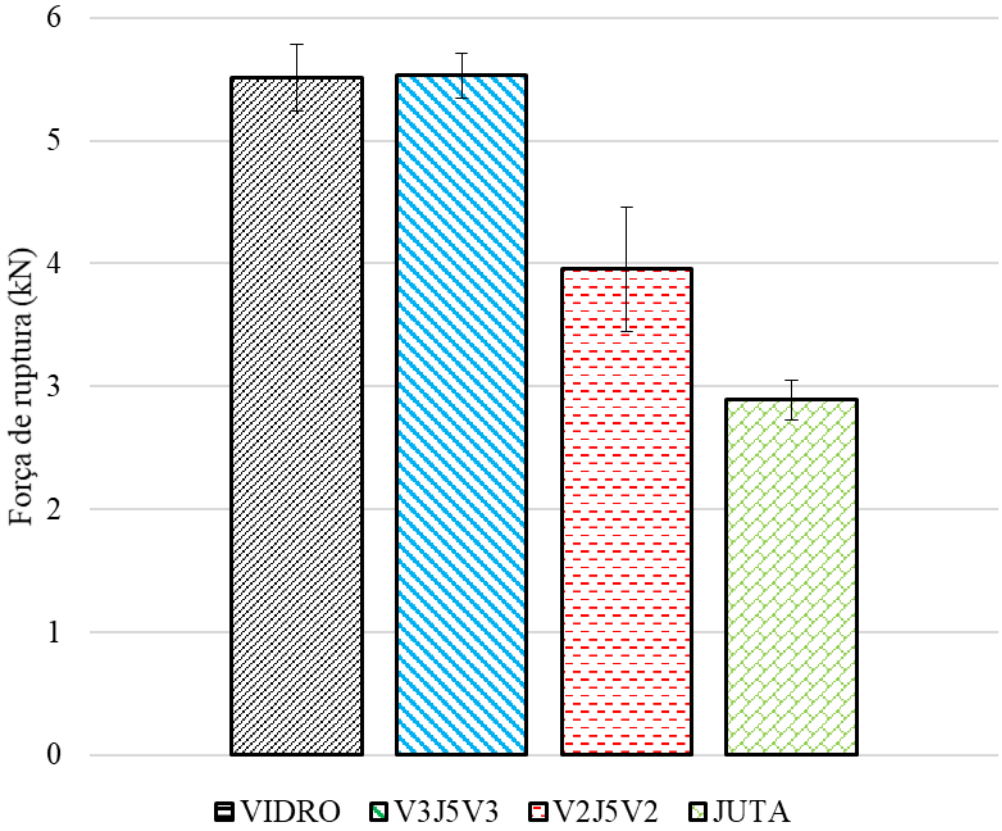


Figura 88 – Força de ruptura média com desvio padrão para ambos os casos de 2 e 3 camadas de juntas coladas assim como os casos limites de juntas puramente sintéticas e naturais.

Tabela 10 – Dados quantitativos das juntas testadas.

Junta	Força de ruptura média (kN)	Deslocamento médio (mm)	Massa do aderente (g)	Taxa força de ruptura/peso do aderente (kN/g)
VIDRO	5,51 ± 0,27	1,53 ± 0,29	14,41	0,38
$V_3J_5V_3$- $V_3J_5V_3$	5,53 ± 0,18	1,55 ± 0,33	12,06	0,46
$V_2J_5V_2$- $V_2J_5V_2$	3,95 ± 0,5	2,74 ± 0,83	11,98	0,33
JUTA	2,89 ± 0,19	1,37 ± 0,19	9,86	0,29

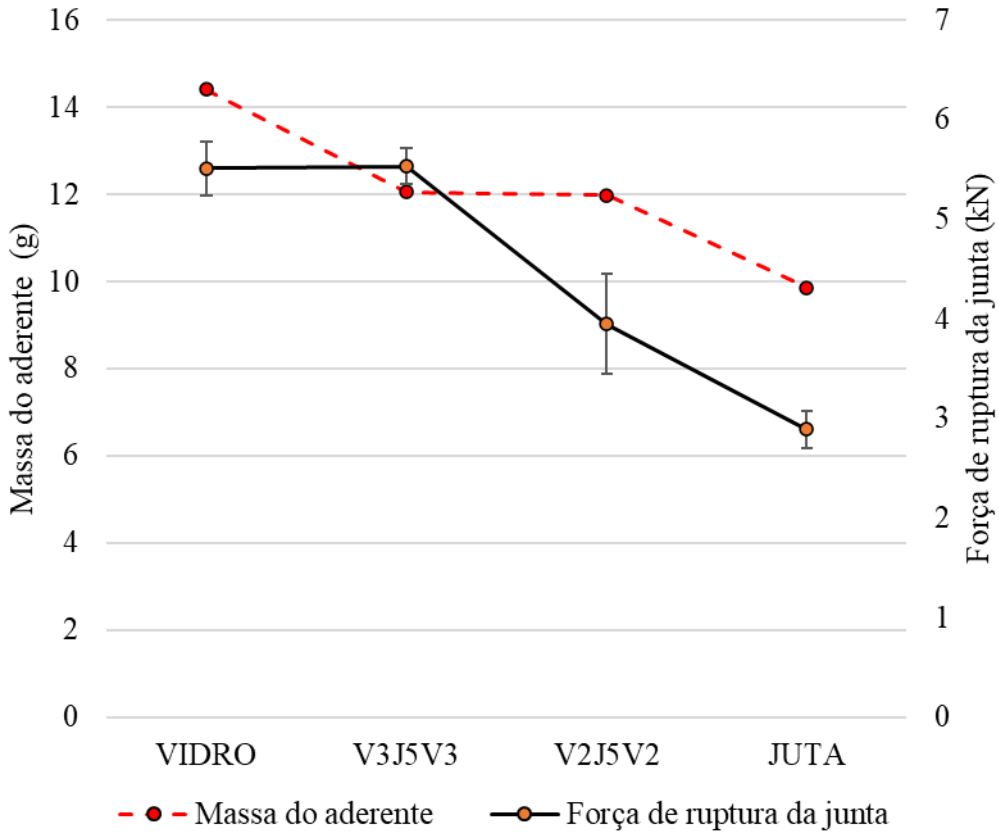


Figura 89 – Representação gráfica da força de ruptura média versus peso do aderente.

Isso é explicado pela diferença nas propriedades do material aderente e seu efeito nos modos de falha da junta como propriedades aumentadas do material, (ou seja, rigidez do compósito e resistência à tração transversal), ajudam a mitigar a rotação da ponta durante o carregamento de cisalhamento, bem como o início da falha por delaminação. Conforme descrito na seção anterior, o modo de falha da junta híbrida de 3 camadas foi definido por frentes LFT simétricas das bordas de sobreposição que progrediram para modos mistos LFT/COH no meio da sobreposição. Isso é semelhante ao modo de falha observado para os SLJs sintéticos puros. Modos de falha mista semelhantes foram observados na literatura para juntas de vidro [59]. Por outro lado, o modo de falha da junta híbrida de 2 camadas exibiu delaminação localizada significativa na borda de sobreposição. A delaminação local está ligada à falha catastrófica da estrutura global [7]. Portanto, as propriedades de aderência aprimoradas do compósito de 3 camadas híbrido provavelmente evitaram a falha de delaminação localizada devido ao aumento da resistência à tração transversal, bem como à rigidez à flexão [60].

Para resumir, os SLJs híbridos de 3 camadas (V3J5V3) chegaram a um compromisso das propriedades aderentes, o que evitou o início da falha de delaminação em comparação com a contraparte de junta híbrida de 2 camadas. Portanto, a junta híbrida de 3 camadas conseguiu corresponder ao desempenho da junta colada com aderentes puramente sintéticos, Tabela 10.

Semelhante à carga de ruptura, a rigidez das juntas também variou em função do material aderente, indo da mais alta para as juntas puramente sintéticas a mais baixa para as juntas de juta pura. A juta pura, apresentou a menor rigidez e um comportamento completamente frágil. A menor ductilidade do compósito de juta não acomoda a rotação da borda de sobreposição devido à excentricidade do eixo de carga, portanto, falha catastroficamente no início do deslocamento.

A mudança significativa no comportamento e rigidez observada para o vidro, quando comparada aos casos de junta híbrida, pode ser explicada pelo aumento de quase duas vezes na rigidez do material aderente (de aproximadamente 10 GPa para 20 GPa), como visto na Tabela 6. Tal alta rigidez do aderente se traduz em rotação inferior da ponta, que por sua vez, gera tensões de arrancamento de pico mais baixas na borda de sobreposição e são responsáveis pelo início da delaminação.

Isso tem sido observado na literatura, onde o aumento da rigidez à flexão do material aderido adia o início do dano e, consequentemente, aumenta a carga de ruptura. No entanto, os casos híbridos (ou seja, casos de junta de 2 e 3 camadas híbridas) apresentaram rigidez de junta idêntica até um determinado deslocamento (~ 1,2 mm). Isso se deve a um início de dano anterior na junta híbrida de 2 camadas.

A Fig. 89 apresenta uma comparação entre a massa do aderente e a carga de falha da junta. Pode ser visto que a técnica de hibridização na forma de um núcleo de juta de 5 camadas encapsulada entre 3 camadas de vidro teve um impacto significativo na carga de falha média para a relação de massa aderente. Isso exemplifica os ganhos potenciais em diminuição de massa e possível redução no consumo de combustível com a aplicação desse material na indústria automotiva, onde a relação resistência/massa é importante.

Deve-se observar que a hibridização interlaminar de compósitos de juta com tecidos de fibra de vidro de 2 camadas foi apontada na literatura como um compromisso ótimo entre propriedades do material e peso/custo [48]. No entanto, esta pesquisa demonstra que isso não é mais verdade quando se trata de juntas coladas. A adição de

outra camada de vidro é necessária para atingir o equilíbrio entre rigidez aderente e tensões de arrancamento para que o desempenho máximo da junta seja alcançado.

5. Conclusões

Neste estudo, investigou-se o efeito da hibridação na forma de reforço de fibra natural/sintética na eficiência de juntas coladas unidas por adesivo estrutural automotivo. Um núcleo de 5 camadas de mantas bidirecionais de juta foi mantido enquanto um envelope sintético de mantas de fibra de vidro externas foi utilizado. O reforço sintético externo variou o número de mantas bidirecionais, ou seja, 2 e 3 camadas, e seu efeito na carga e modo de falha do SLJ foi registrado.

Investigou-se também o efeito da adição de reforços particulados em termos de natureza, escala e conteúdo nas propriedades mecânicas de compósitos híbridos de juta/fibra de vidro interlaminar. Os tecidos bidirecionais de juta e fibra de vidro foram usados para fabricar os compósitos híbridos interlaminares de base, que foram subsequentemente reforçados com duas frações de peso do material aditivo (1% e 3%) de diferentes tipos de materiais (por exemplo, micro pós de juta, curauá e vidro moídos e nano TiO_2).

Ensaios de tração, flexão e impacto foram conduzidos nos materiais compósitos assim como ensaio de tração quase-estático foi realizado nas juntas coladas. As seguintes conclusões podem ser tiradas:

- A natureza do material aditivo, a escala e a fração de peso afetam de diferentes maneiras as propriedades mecânicas dos compósitos de polímero reforçado com fibras naturais/sintéticas híbridas interlaminares. De maneira geral, os compósitos modificados com aditivos naturais apresentaram desempenho inferior aos grupos sintéticos. Para as propriedades de tração, apenas o caso compósito reforçado com 3% TiO_2 (HT-3%) apresentou um desempenho melhorado em comparação com o compósito não reforçado com aditivos (H-0). As propriedades flexurais dos compósitos modificados foram afetadas negativamente pelos aditivos. Sob condições de impacto, os casos de compósitos reforçados com aditivos de juta (HJ-1%) e HT-3% apresentaram as menores diminuições em relação ao caso H-0.
- Os modos de falha variaram em função do aditivo. Para os ensaios de tração, todas

as amostras apresentaram uma falha frágil do núcleo natural, seguida por uma falha ou delaminação total ou parcial da fibra de vidro da superfície. Para a resposta à flexão, a maioria dos casos apresentou apenas falha de flambagem por compressão. Entretanto, foram observados modos mistos de falha na forma de falha de compressão/tração/trinca do núcleo para os casos reforçados com micro-vidro e juta (HV-3%, HJ-1% e HJ-3%). Finalmente, para os testes de impacto, todas as amostras apresentaram uma falha frágil do núcleo e deformação significativa ou falha total da amostra, bem como delaminação e falha na superfície da fibra de vidro.

- O baixo desempenho dos compósitos híbridos reforçados com material de aditivo fabricados e testados neste trabalho deveu-se principalmente à escala, natureza e conteúdo do material aditivo. A alta escala e a menor área específica diminuem a interface de aditivo/matriz, enquanto os aditivos naturais não tratados apresentam alto conteúdo de grupos hidrofílicos como lignina e hemicelulose, diminuindo ainda mais a eficiência da transferência de carga. Além disso, o alto conteúdo de material aditivo pode diminuir a eficiência da dispersão e aumentar o número de vazios. Em trabalhos futuros, tempos de moagem maiores e tratamentos químicos serão utilizados de modo a melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos híbridos.
- A carga de falha de junta colada por adesivo (SLJ) foi afetada de forma significativa e positiva pelo processo de hibridação. A carga de falha em função do número de camadas sintéticas externas aumentou em 28,6%.
- Os modos de falha das juntas coladas apresentaram diferenças significativas em função do envelope sintético. O caso de 2 camadas apresentou TLC/LFT e grandes falhas de delaminação, enquanto o caso de 3 camadas apresentou crescimento estável de trinca coesiva, bem como TLC/LFT.
- O peso do aderente foi afetado significativamente em função da hibridação. Aderentes híbridos de 3 camadas apresentaram peso reduzido sem sacrificar a eficiência da junta colada.

5.1 Trabalhos futuros

Como sugestão para trabalhos futuros, coloca-se a necessidade da realização de estudos de degradação ultravioleta e absorção de umidade a fim de determinar a resistência do material base e reforçado com aditivos sintéticos a intemperes do tempo e o efeito deste nas propriedades mecânicas.

Outro fator relevante é o estudo do efeito da diminuição da escala do aditivo através de tratamentos mecânicos e químicos extensos (moagem e tratamento alcalino) nas propriedades mecânicas dos materiais compósitos.

A utilização do melhor caso observado na caracterização mecânica (HT-3%) em junta colada de modo a averiguar se existe um ganho em relação a tenacidade a delaminação devido ao reforço particulado.

Por fim, estudos aprofundados da mecânica de falha através de imagens MEV devem ser feitos.

6. Referências

1. Petrie, E.M., *Handbook of adhesives and sealants*. 2000: McGraw-Hill.
2. da Silva, L., A. Öschner, and R. Adams, *Handbook of Adhesion Technology (2 volumes), Springer: Heidelberg*. 2018, Germany.
3. Banea, M.D., et al., *Multi-material adhesive joints for automotive industry.* Composites Part B: Engineering, 2018. **151**: p. 71-77.
4. Leao, A.L., R. Rowell, and N. Tavares, *Applications of natural fibers in automotive industry in Brazil—thermoforming process,* in *Science and technology of polymers and advanced materials*. 1998, Springer. p. 755-761.
5. Furtado, S.C., et al., *Natural fibre-reinforced composite parts for automotive applications.* International Journal of Automotive Composites, 2014. **1**(1): p. 18-38.
6. da Silva, L.F.M., A.G. de Magalhaes, and M.F.S. de Moura, *Juntas adesivas estruturais*. 2007: Publindustria.
7. Budhe, S., et al., *An updated review of adhesively bonded joints in composite materials.* International Journal of Adhesion and Adhesives, 2017. **72**: p. 30-42.
8. *ASTM D5573-99(2019), Standard Practice for Classifying Failure Modes in Fiber-Reinforced-Plastic (FRP) Joints*. 2019: ASTM International.
9. de Queiroz, H.F.M., D.K.K. Cavalcanti, and D.M. Banea, *Experimental Analysis of Adhesively Bonded Joints in Synthetic and Natural Fibre-reinforced Polymer Composites.* Journal of Composite Materials, 2019.
10. Kim, K.-S., et al., *Failure mode and strength of uni-directional composite single lap bonded joints with different bonding methods.* Composite structures, 2006. **72**(4): p. 477-485.
11. Hull, D. and T. Clyne, *An Introduction to Composite Materials*. 1996: Cambridge University Press.
12. Gay, D., *Composite materials: design and applications*. 2014: CRC press.
13. Ashby, M., *Seleção de materiais no projeto mecânico*. Vol. 1. 2013: Elsevier Brasil.

14. Ashby, M.F. and D. Cebon, *Materials selection in mechanical design.* Le Journal de Physique IV, 1993. **3**(C7): p. C7-1-C7-9.
15. Ashby, M. and K. Johnson, *Materiais e design: A arte e ciência da seleção de materiais no projeto do produto*. 2013: Elsevier Brasil.
16. Al-Oqla, F.M. and M.S. Salit, *Materials selection for natural fiber composites*. 2017: Woodhead Publishing.
17. *Fibra de boro, Tejido de fibra de boro*. 2019 [cited 2019 10/11/2019]; Available from: http://es.materfad.com/material/2180/fibra-de-boro.
18. GROUP, S. *Silicon carbide flat woven fabric*. 2019 [cited 2019 10/11/2019]; Available from: http://www.sfgroup.cc/EN/showpro.asp?BigClassID=20132112874588&ID=92.
19. Campilho, R.D., *Natural fiber composites*. 2015: CRC Press.
20. Neto, J., et al., *Effect of chemical treatment on the thermal properties of hybrid natural fiber-reinforced composites.* Journal of Applied Polymer Science, 2019. **136**(10): p. 47154.
21. Singh, H., et al., *A Brief Review of Jute Fibre and Its Composites.* Materials Today: Proceedings, 2018. **5**(14, Part 2): p. 28427-28437.
22. Senthilkumar, K., et al., *Mechanical properties evaluation of sisal fibre reinforced polymer composites: A review.* Construction and Building Materials, 2018. **174**: p. 713-729.
23. Kicińska-Jakubowska, A., E. Bogacz, and M. Zimniewska, *Review of natural fibers. Part I—Vegetable fibers.* Journal of Natural Fibers, 2012. **9**(3): p. 150-167.
24. Nemati Giv, A., et al., *Effect of reinforcements at different scales on mechanical properties of epoxy adhesives and adhesive joints: a review.* The Journal of Adhesion, 2018. **94**(13): p. 1082-1121.
25. Tamayo, L., et al., *Copper-polymer nanocomposites: An excellent and cost-effective biocide for use on antibacterial surfaces.* Materials Science and Engineering: C, 2016. **69**: p. 1391-1409.
26. Pinto, D., et al., *Mechanical properties of epoxy nanocomposites using titanium dioxide as reinforcement – A review.* Construction and Building Materials, 2015. **95**: p. 506-524.
27. Sen, A. and S. Kumar, *Coir-fiber-based fire retardant nano filler for epoxy*

composites. Journal of thermal analysis and calorimetry, 2010. **101**(1): p. 265-271.

28. Saba, N., et al., *Effect of oil palm nano filler on mechanical and morphological properties of kenaf reinforced epoxy composites.* Construction and Building Materials, 2016. **123**: p. 15-26.
29. Agarwal, R., R. Manickam, and S. Ratnam, *Tensile properties of reinforced plastic material composites with natural fiber and filler material.* Journal of Engineering and Applied Sciences, 2015. **10**.
30. Yesgat, A.L. and R. Kitey, *Effect of filler geometry on fracture mechanisms in glass particle filled epoxy composites.* Engineering Fracture Mechanics, 2016. **160**: p. 22-41.
31. Sae-Oui, P., C. Rakdee, and P. Thanmathorn, *Use of rice husk ash as filler in natural rubber vulcanizates: In comparison with other commercial fillers.* Journal of Applied Polymer Science, 2002. **83**(11): p. 2485-2493.
32. Ma, P.-C., et al., *Dispersion and functionalization of carbon nanotubes for polymer-based nanocomposites: A review.* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2010. **41**(10): p. 1345-1367.
33. Montazeri, A. and M. Chitsazzadeh, *Effect of sonication parameters on the mechanical properties of multi-walled carbon nanotube/epoxy composites.* Materials & Design (1980-2015), 2014. **56**: p. 500-508.
34. Davies, G., *Materials for automobile bodies*. 2012: Butterworth-Heinemann.
35. Association, A.C.M. 2019 29/12/2019]; Available from: http://compositeslab.com/.
36. INC., G. 2019 [cited 2019 29/12/2019]; Available from: https://www.graco.com/pt/pt/products/application/composites-frp/spray-up-lamination.html.
37. CYGNET. 2019 29/12/2019]; Available from: https://cygnet-texkimp.com/product/filament-winding/.
38. epoxycraft. 2019 [cited 2019 29/12/2019]; Available from: https://epoxycraft.com/westsystem/how-to-repair-laminates-using-epoxy-resins/.
39. FASTEC. 2019 [cited 2019 29/12/2019]; Available from: https://fastecinternational.com/technical-info/.

40. Rahman, R. and S.Z.F.S. Putra, *Tensile properties of natural and synthetic fiber-reinforced polymer composites*, in *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*. 2019, Elsevier. p. 81-102.
41. D., A., *Standard test method for flexural properties of polymer matrix composite materials.* American Society for Testing and Materials Annual Book of ASTM Standards, 2007.
42. Bhat, R., et al., *Mechanical testing and microstructure characterization of glass fiber reinforced isophthalic polyester composites.* Journal of Materials Research and Technology, 2019. **8**(4): p. 3653-3661.
43. Erkliğ, A., N.F. Doğan, and M. Bulut, *Charpy impact response of glass fiber reinforced composite with nano graphene enhanced epoxy*. Periodicals of Engineering and Natural Sciences, 2017. **5**(3).
44. D, A., *Standard test method for apparent shear strength of single-lap-joint ahdesively bonded metal specimens by tension loading (metal-to-metal)*. 2010.
45. International, A., *Standard test method for lap shear adhesion for fiber reinforced plastic (FRP) bonding. ASTM D5868*. 2014, ASTM International West Conshohocken, Pennsylvania.
46. Standard, A., *D638.* Standard test method for tensile properties of plastics. West Conshohocken: ASTM International, 2010.
47. Selver, E., N. Ucar, and T. Gulmez, *Effect of stacking sequence on tensile, flexural and thermomechanical properties of hybrid flax/glass and jute/glass thermoset composites.* Journal of Industrial Textiles, 2017. **48**(2): p. 494-520.
48. Ahmed, K.S. and S. Vijayarangan, *Tensile, flexural and interlaminar shear properties of woven jute and jute-glass fabric reinforced polyester composites.* Journal of Materials Processing Technology, 2008. **207**(1): p. 330-335.
49. Barbosa, A.Q., et al., *Methods to increase the toughness of structural adhesives with micro particles: an overview with focus on cork particles.* Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 2016. **47**(4): p. 307-325.
50. Tjong, S.C. and S.A. Xu, *Ternary polymer composites: PA6,6/maleated SEBS/glass beads.* Journal of Applied Polymer Science, 2001. **81**(13): p. 3231-3237.

51. Hejna, A., K. Formela, and M.R. Saeb, *Processing, mechanical and thermal behavior assessments of polycaprolactone/agricultural wastes biocomposites.* Industrial Crops and Products, 2015. **76**: p. 725-733.
52. Mostafa, N.H., M.B. Hunain, and S.O.W. Khafaji, *Mechanical and free vibration properties of clamshell particles/polyester composites.* Materials Research Express, 2020. **7**(1): p. 015104.
53. Prasad, V., et al., *Enhancing Mode I and Mode II interlaminar fracture toughness of flax fibre reinforced epoxy composites with nano TiO2.* Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2019. **124**: p. 105505.
54. Raghavendra, G., et al., *Influence of micro/nanofiller alumina on the mechanical behavior of novel hybrid epoxy nanocomposites.* High Performance Polymers, 2015. **27**(3): p. 342-351.
55. Prasob, P.A. and M. Sasikumar, *Static and dynamic behavior of jute/epoxy composites with ZnO and TiO2 fillers at different temperature conditions.* Polymer Testing, 2018. **69**: p. 52-62.
56. Kureemun, U., et al., *Effects of hybridization and hybrid fibre dispersion on the mechanical properties of woven flax-carbon epoxy at low carbon fibre volume fractions.* Composites Part B: Engineering, 2018. **134**: p. 28-38.
57. Dhawan, V., S. Singh, and I. Singh, *Effect of natural fillers on mechanical properties of GFRP composites.* Journal of Composites, 2013. **2013**.
58. Sousa, J.M., et al., *Durability of adhesively bonded joints between pultruded GFRP adherends under hygrothermal and natural ageing.* Composites Part B: Engineering, 2019. **158**: p. 475-488.
59. Hunter-Alarcón, R.A., et al., *Effect of the natural aging process on the shear strength of FRP composite single lap joints.* International Journal of Adhesion and Adhesives, 2018. **86**: p. 4-12.
60. Blackman, B.R.K., et al., *The fracture behaviour of adhesively-bonded composite joints: Effects of rate of test and mode of loading.* International Journal of Solids and Structures, 2012. **49**(13): p. 1434-1452.