CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS

Alexandre Luiz Pereira

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

Orientadora: Ph.D. Doina Mariana Banea (CEFET/RJ)
Coorientador: Ph.D. António Manuel de Bastos Pereira
(Universidade de Aveiro)

Rio de Janeiro
Dezembro de 2020

COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS

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

Alexandre Luiz Pereira

Banca Examinadora:

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

Professor Ph.D. João Marciano Laredo dos Reis (UFF)

Professor Dr. Antonio Henrique Monteiro da Fonseca Thomé da Silva (UFF)

Professor Dr. Felipe do Carmo Amorim (CEFET/RJ)

Professor Dr. Hector Reynaldo Meneses Costa (CEFET/RJ)

Rio de Janeiro
Dezembro de 2020

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

P436 Pereira, Alexandre Luiz
Compósitos reforçados com fibras naturais / Alexandre Luiz Pereira — 2020.
99f. + anexo : il. color. , enc.

Tese (Doutorado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2020.
Bibliografia : f. 91-99
Orientadora: Mariana Doina Banea
Coorientador: António Manuel de Bastos Pereira

1. Nanocompósitos (Materiais). 2. Fibras vegetais . 3. Tecnologia de materiais. 4. Engenharia mecânica. I. Banea, Mariana Doina (Orient.). II. Pereira, António Manuel de Bastos (Coorient.). III. Título.

CDD 688.9

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

DEDICATÓRIA

Dedico esta tese: ao meu filho Arthur por me mostrar que aprendemos a cada dia nas coisas simples. A minha mãe Maria, minha fonte eterna de humildade e inspiração. Aos meus avós maternos Doralice e Mario (em memória) e paternos Guiomar e Pedro (em memória), pelo exemplo que me deram e espelho para minha vida. Ao meu pai e toda minha família. Em todos os momentos difíceis para realização deste trabalho vocês foram e serão os meus melhores pensamentos e grandes incentivadores.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente,
À Deus, por me proporcionar bençãos ao longo da minha vida.

Aos Professores,
Minha orientadora Ph.D. Mariana Doina Banea pela confiança, compromisso sério e contínuo na pesquisa, orientação técnica e acreditar na realização deste trabalho, fruto de muita disciplina e esforço.
Dra. Gracialda Costa Ferreira da Universidade Federal Rural da Amazônia (UFRA) pela doação das fibras de curauá.
Ph.D. António Manuel de Bastos Pereira pelo recebimento, pela confiança, impecável orientação e apoio em todo o período de Estágio de Pós-Graduação realizado no Departamento de Engenharia Mecânica (DEM) da Universidade de Aveiro (UA) em Portugal.
Dr. Rafael Santos e todos os professores do colegiado do Cefet/RJ *Campus* Angra dos Reis pelo incentivo e apoio em todas as etapas para conclusão deste trabalho.

Ao grupo de pesquisa,
Daniel Cavalcanti, Henrique Queiroz, Jorge Neto e Rosemere Lima do Laboratório de Adesivos e Materiais Compósitos (LADES) do Cefet/RJ *Campus* Maracanã pelo apoio na fabricação dos compósitos, nos ensaios mecânicos, nas análises térmicas e na interpretação/discussão dos resultados.

Aos responsáveis técnicos, Nancy Alvarez e Jorge Futigami do Laboratório de Tecnologia de Polímeros (TECPOL) do Instituto Politécnico da UERJ Friburgo (IPRJ/UERJ), pela permissão do uso da máquina de ensaio de impacto. A Fernanda do Centro de Caracterização em Nanotecnologia para Materiais e Catálise do Instituto Nacional de Tecnologia (CENANO/INT) pelas micrografias feitas no MEV.

Ao futuro engenheiro mecânico do Cefet/RJ *Campus* Angra dos Reis Alisson Lemos pelo suporte nos ensaios de tração.

À equipe técnica de engenheiros do Centro de Tecnologia Mecânica e Automação (TEMA) e do DEM da UA que me receberam e disponibilizaram todos os equipamentos necessários para a realização de parte desta tese em Portugal (Ana, André, Carla, Festas, Francisco, Kátia, Nuno, Ricardo, Susana).

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ) pela oportunidade de trabalhar e fazer o curso de Doutorado neste excelente centro de ensino, pesquisa e extensão.

A todos os meus familiares muito carinho, principalmente a minha mãe e meu filho por todo esse período de muitas ausências.

A todos que de alguma forma contribuíram para realização desta tese.

RESUMO

Compósitos reforçados com fibras naturais

Devido à crescente preocupação com o meio ambiente, pesquisas e aplicações com materiais sustentáveis estão aumentando nas áreas acadêmica e industrial. Neste sentido, fibras vegetais estão sendo utilizadas como reforço em compósitos devido a vários fatores: são de baixo custo, possui baixo impacto ambiental, estimulam a economia de muitas regiões, são ecologicamente sustentáveis e podem ser fornecidas em grandes quantidades. Uma vantagem adicional é que, em algumas aplicações, as fibras vegetais podem substituir a fibra de vidro (sintética). As aplicações dos Compósitos Reforçados com Fibras Naturais (CRFNs) ainda são limitadas em peças/componentes não estruturais, devido a variação de suas propriedades mecânicas. Um método que pode melhorar essas propriedades é a hibridização, ou seja, combinação de dois ou mais tipos diferentes de fibras numa mesma matriz. Assim, o principal objetivo desta tese foi investigar o efeito da hibridização intralaminar nas propriedades mecânicas, térmicas e na resistência à fratura em modo I de CRFNs. Fibras de sisal, rami, curauá, juta e vidro (esta última para comparação) foram selecionados como reforços para os compósitos de matriz epóxi. Os ensaios experimentais foram divididos em duas etapas. A primeira etapa consistiu na caracterização mecânica com testes de Tração, Flexão e Impacto; Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para examinar as superfícies fraturadas dos corpos de prova; e análise térmica com as técnicas de Termogravimetria (TG/DTG) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) nos seguintes compósitos: sisal (S), sisal + rami (S + R), sisal + curauá (S + C) e sisal + vidro (S + V). Na segunda etapa foram realizados ensaios de *Double Cantilever Beam* (DCB) em modo I nos seguintes compósitos: S, S+C, juta (J) e juta + curauá (J + C). Um equipamento de tomografia computadorizada de raios-X foi utilizado para visualizar a delaminação e a forma da trinca no interior dos compósitos. Todos os compósitos foram fabricados por laminação manual (*hand lay-up*). Os resultados da caracterização mecânica mostraram um aumento nas propriedades mecânicas, em que o melhor resultado híbrido das fibras vegetais foi o S + C. A análise térmica mostrou que a hibridização não afetou significativamente a estabilidade térmica dos compósitos. A tenacidade à fratura em modo I dos compósitos híbridos S + C e J + C aumentaram comparados com os compósitos não híbridos de S e J.

Palavras-chave: Fibras vegetais; Hibridização intralaminar; Caracterização mecânica; Análise térmica; Tenacidade à fratura em modo I.

ABSTRACT

Composites reinforced with natural fibers

Due to growing environmental concerns, research, and applications on sustainable materials are increasing in the academic and industrial areas. In this sense, vegetable fibers are being used as reinforcement in composites due to several factors: they are not expensive, have a low environmental impact, stimulate the economy of many regions, they are ecologically sustainable and able to be supplied in high quantities. An added advantage is that, in some applications, vegetable fibers can be an alternative in replacing the glass fiber (synthetic). The applications of Natural Fiber-Reinforced Composites (NFRCs) are still limited in nonstructural parts/components, due to the variation in their mechanical properties. A method that can improve these properties is the hybridization, i.e., the combination of two or more different types of fibers in one matrix. Thus, the main objective of this thesis was to investigate the effect of intralaminar hybridization on the mechanical and thermal properties, as well as on mode I fracture toughness of NFRCs. Sisal, ramie, curauá, jute, and glass fibers (the latter for comparison) were selected as reinforcements for the epoxy matrix-based composites. The experimental tests were divided into two stages. The first stage was mechanical characterization with tensile, flexural and impact tests; scanning electron microscopy (SEM) was used to examine fractured surfaces of the specimens; and thermal analysis with the techniques of thermogravimetric (TG/DTG) and differential scanning calorimetry (DSC) were used in the following composites: sisal (S), sisal + ramie (S + R), sisal + curauá (S + C) and sisal + glass (S + V). In the second stage, Double cantilever beam (DCB) tests in mode I were performed on the following composites: S, S + C, jute (J), and jute + curauá (J + C). An X-ray microcomputed tomography equipment was used to visualize the delamination and the form of the cracks inside the composites. All the composites were produced by the hand lay-up. The results of the mechanical characterization showed an increase in the mechanical properties, in which the best hybrid result of the vegetable fibers was the S + C. The thermal analysis showed that the hybridization did not significantly affect the thermal stability of the composites. The mode I fracture toughness of the hybrid composites S + C and J + C increased compared to the nonhybrid composites of S and J.

Keywords: Vegetable fibers; Intralaminar hybridization; Mechanical characterization; Thermal analysis; Mode I fracture toughness.

RESUMEN

Materiales compuestos reforzados con fibras naturales

Debido a la creciente preocupación con el medio ambiente, investigaciones y aplicaciones con materiales sostenibles están aumentando en las áreas académicas e industriales. En este sentido, las fibras vegetales se están utilizando como refuerzo en materiales compuestos debido a varios factores como: bajo costo, poco impacto ambiental, estimulan la economía de muchas regiones, son ecológicamente sostenibles y se pueden suministrar en gran cantidad. Una ventaja adicional es que, en algunas aplicaciones, las fibras vegetales pueden reemplazar a la fibra de vidrio (sintética). Las aplicaciones de los materiales compuestos reforzados con fibras naturales (CRFN) siguen siendo limitadas en partes/componentes no estructurales, debido a la variación de sus propiedades mecánicas. Un método que puede mejorar estas propiedades es la hibridación, es decir, la combinación de dos o más tipos diferentes de fibras en la misma matriz. Por lo tanto, el objetivo principal de esta tesis fue investigar el efecto de la hibridación intralaminar en las propiedades mecánicas, térmicas y a la resistencia a la fractura en el modo I de los CRFN. Fibras de sisal (*Agave sisalana*), ramio (*Boehmeria nivea*), curauá (*Ananas erectifolius*), yute (*Corchorus capsularis*) y fibra de vidrio (este último para comparación) se seleccionaron como refuerzos para los materiales compuestos de matriz epoxi. Los experimentos se dividieron en dos etapas. La primera etapa fue la caracterización mecánica con pruebas de tracción, flexión e impacto; Microscopía electrónica de barrido (MEB) para examinar las superficies fracturadas de las muestras; y análisis térmico con las técnicas de termogravimetría (TG/DTG) y calorimetría diferencial de barrido (CDB) en los siguientes materiales compuestos: sisal (S), sisal + ramio (S + R), sisal + curauá (S + C) y sisal + vidrio (S + V). En la segunda etapa, las pruebas de *Double Cantilever Beam* (DCB) en modo I se realizaron en los siguientes materiales compuestos: S, S + C, yute (J) y yute + curauá (J + C). Se utilizó un equipo de tomografía microcomputadora de rayos X para evaluar la delaminación y la forma de las grietas dentro del materiales compuesto. Todos los materiales compuestos fueron fabricados por laminación manual (*hand lay-up*). Los resultados de la caracterización mecánica mostraron un aumento en las propiedades mecánicas, en que el mejor resultado híbrido de las fibras vegetales fue el S + C. El análisis térmico mostró que la hibridación no afectó significativamente la estabilidad térmica de los materiales compuestos. La tenacidad a la fractura del modo I de los materiales compuestos híbridos S + C y J + C aumentó en comparación con los compuestos no híbridos de S y J.

Palabras claves: Fibras vegetales; Hibridación intralaminar; Caracterización mecánica; Análisis térmico; Tenacidad a la fractura en modo I.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1 – Fluxograma das etapas para o desenvolvimento da tese. 20
Figura 2.1 – Classificação das fibras de reforço. 21
Figura 2.2 – Fibra de vidro do tipo E. 24
Figura 2.3 – Estrutura típica de uma célula vegetal e seus constituintes. 25
Figura 2.4 – Classificação das fibras vegetais de acordo com a origem. 27
Figura 2.5 – Temperatura de degradação das fibras vegetais. 31
Figura 2.6 – Planta da qual se remove da folha a fibra de sisal. 32
Figura 2.7 – Valor da produção anual da fibra do sisal no Brasil entre 2009 até 2018. . 33
Figura 2.8 – Planta da qual se remove do caule a fibra de rami. 34
Figura 2.9 – Planta da qual se remove da folha a fibra de curauá. 35
Figura 2.10 – Planta da qual se remove do caule a fibra de juta. 36
Figura 2.11 – Classificação dos materiais compósitos. 38
Figura 2.12 – Efeito da hibridização de fibras em compósitos. 39
Figura 2.13 – Configurações para hibridização de fibras contínuas. (a) Interlaminar; (b) Intralaminar; e (c) *Intermingled*. 40
Figura 2.14 – Modos de solicitação da trinca: (a) modo I, (b) modo II e (c) modo III. . 43
Figura 3.1 – Fibras: (a) tecido de sisal bidirecional; (b) tecido de juta bidirecional; (c) rami; (d) curauá; (e) vidro. 46
Figura 3.2 – Resina epóxi: AR-260 base / AH-260 endurecedor. 47
Figura 3.3 – (a) Desenho esquemático da configuração híbrida intralaminar e (b) Exemplo típico de tecido bidirecional com reforço e a direção do corte dos corpos de prova. 48
Figura 3.4 – (a) Prensa hidráulica com aquecimento (Solab SL-12/20) e (b) *Setup* de temperatura e pressão. 49
Figura 3.5 – Processo de laminação manual dos compósitos. (1) Espátula, (2) PTFE, (3) Molde metálico, (4) Resina epóxi, (5) Rolo laminador de borracha, e (6) Tecido bidirecional. 50
Figura 3.6 – Procedimento para fazer o padrão *speckle*. 52
Figura 3.7 – Exemplo típico do tratamento das imagens na CID. 53
Figura 3.8 – Aparato experimental para os testes de tração. 54
Figura 3.9 – Ensaio de flexão. 56
Figura 3.10 – (a) Máquina de impacto e (b) Martelo para o impacto. 57
Figura 3.11 – Equipamento TG modelo NETZSCH TG 209F3 Tarsus. 58

Figura 3.12 – Equipamento modelo NETZSCH DSC 200F3 Maia. 59

Figura 3.13 – Geometria do corpo de prova para o ensaio DCB..... 60

Figura 3.14 – Aparato experimental do ensaio DCB. 60

Figura 3.15 – Critérios utilizados para o cálculo da tenacidade a fratura em modo I. ... 61

Figura 3.16 – Equipamento de raios-X (µCT)..... 63

Figura 4.1 – Curvas Força × Deslocamento medidos diretamente pela máquina e CID: (a) S, (b) S + R, (c) S + C e (d) S + V. 64

Figura 4.2 – Exemplo de uma fratura num corpo de prova do ensaio de tração. 66

Figura 4.3 – Curvas típicas de resistência à tração × deformação verdadeira. 67

Figura 4.4 – Gráfico de barras da resistência à tração em função da hibridização. 67

Figura 4.5 – Gráfico de barras do módulo de elasticidade na tração em função da hibridização. 68

Figura 4.6 – Gráfico de barras da deformação na tração em função da hibridização. ... 68

Figura 4.7 – Curvas típicas de resistência à flexão × deformação em função da hibridização. 71

Figura 4.8 – Gráfico de barras da resistência à flexão em função da hibridização. 72

Figura 4.9 – Gráfico de barras do módulo de elasticidade na flexão em função da hibridização. 72

Figura 4.10 – Resistência ao impacto em função da hibridização. 74

Figura 4.11 – Micrografias MEV das superfícies fraturadas do ensaio de tração em função da hibridização: (a) S; (b) S + R; (c) S + C e (d) S + V..... 76

Figura 4.12 – Micrografias MEV das superfícies fraturadas do ensaio de impacto em função da hibridização: (a) S; (b) S + R; (c) S + C e (d) S + V..... 77

Figura 4.13 – Curvas TG em função da hibridização intralaminar. 78

Figura 4.14 – Curvas DTG em função da hibridização intralaminar. 79

Figura 4.15 – Curvas DSC em função da hibridização intralaminar. 81

Figura 4.16 – Curvas representativas da força-deslocamento ($P - \delta$) do ensaio DCB. 82

Figura 4.17 – Imagens obtidas através do vídeo ME46-Messphysik nos seguintes estágios: (Estágio I) Deformação elástica, (Estágio II) Início da trinca e (Estágio III) Propagação da trinca..... 84

Figura 4.18 – Imagens de raios-X das trincas dos compósitos do ensaio DCB em função da hibridização: (a) J + C e (b) S + C. 87

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Composição química das fibras de vidro dos tipos E e S. 23
Tabela 2.2 – Propriedades e custo das fibras de vidro dos tipos E e S. 23
Tabela 2.3 – Propriedades físicas das fibras vegetais. 28
Tabela 2.4 – Propriedades mecânicas das fibras vegetais. 29
Tabela 2.5 – Composição química das fibras vegetais. 30
Tabela 3.1 – Propriedades mecânicas da resina epóxi AR-260/AH-260. 47
Tabela 4.1 – Módulo de elasticidade (GPa). 66
Tabela 4.2 – Dados do ensaio de tração. 69
Tabela 4.3 – Dados do ensaio de flexão. 73
Tabela 4.4 – Dados do ensaio de impacto. 74
Tabela 4.5 – Dados da análise DSC. 81
Tabela 4.6 – Tenacidade à fratura em modo I de iniciação (GIc). 85

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	*American Society for Testing Materials*
CID	Correlação de Imagens Digitais
CRFNs	Compósitos Reforçados com Fibras Naturais
CEFET/RJ	Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca
CENANO	Centro de Caracterização em Nanotecnologia
DCB	*Double Cantilever Beam*
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DTG	Termogravimetria Derivada
Embrapa	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
INT	Instituto Nacional de Tecnologia
IPRJ	Instituto Politécnico do Estado do Rio de Janeiro
ISO	*International Organization for Standardization*
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NL	Não Linearidade
ONU	Organização das Nações Unidas
PTFE	Politetrafluoroetileno
TECPOL	Laboratório de Tecnologia de Polímeros
TEMA	Centro de Tecnologia Mecânica e Automação
TG	Termogravimetria
TVC	Teoria das Vigas Corrigidas
UA	Universidade de Aveiro
UERJ	Universidade Estadual do Rio de Janeiro
UFRA	Universidade Federal Rural da Amazônia
VIS	Observação Visual
5%/Max	5% de desvio ou carga máxima

LISTA DE SÍMBOLOS

σ_f	Tensão de flexão nas fibras das superfícies
P	Carga
L	Distância entre os apoios na flexão (*span*)
b	Largura do corpo de prova
d	Espessura do corpo de prova na flexão
E_f	Módulo de elasticidade na flexão
m	Inclinação da tangente da parte linear da curva carga-deflexão
G_{Ic}	Tenacidade à fratura em modo I
δ	Deslocamento
a	Comprimento da trinca
a_0	Comprimento da pré-trinca
Δ	Correção para rotação e deslocamento da frente da trinca
F	Fator de correção para grandes deslocamentos
N	Fator de correção devido ao aumento de rigidez provocado pelos blocos metálicos colados nos corpos de prova do ensaio DCB
h	Espessura do corpo de prova do ensaio DCB
l_1	Comprimento do centro do bloco metálico até $h/2$
l_2	Comprimento do centro a extremidade do bloco metálico

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO 16
1.1 Contextualização 16
1.2 Motivação 17
1.3 Objetivos geral e específicos 18
1.4 Metodologia 19
1.5 Organização do trabalho 20
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 21
2.1 Fibras naturais e sintéticas 21
2.1.1 Fibra de vidro 22
2.2 Fibras vegetais 24
2.2.1 Estrutura das fibras vegetais 24
2.2.2 Classificação e propriedades das fibras vegetais 26
2.2.3 Características térmicas das fibras vegetais e da fibra de vidro 30
2.2.4 Fibra de sisal (*Agave sisalana*) 31
2.2.5 Fibra de rami (*Boehmeria nivea*) 33
2.2.6 Fibra de curauá (*Ananas erectifolius*) 34
2.2.7 Fibra de juta (*Corchorus capsularis*) 36
2.3 Matriz polimérica 37
2.4 Compósitos 37
2.5 Compósitos Reforçados com Fibras Naturais (CRFNs) 38
2.6 Hibridização 39
MATERIAIS E MÉTODOS 46
3.1 Materiais 46
3.2 Hibridização intralaminar 47
3.3 Processo de fabricação dos compósitos 48
3.3 Caracterização mecânica 50
3.3.1 Correlação de Imagens Digitais (CID) e Ensaio de Tração 50
3.3.2 Ensaio de flexão 54
3.3.3 Ensaio de impacto 56
3.3.4 Análise da superfície fraturada: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 57
3.5 Técnicas de análise térmica 57
3.5.1 Termogravimetria (TG) e Termogravimetria Derivada (DTG) 58
3.5.2 Calorimetria Exploratório Diferencial (DSC) 58
3.6 Ensaio *Double Cantilever Beam* (DCB) 59
3.6.1 Análise da superfície fraturada: equipamento de raios-X (μCT) 62

RESULTADOS E DISCUSSÃO 64
4.1 Caracterização mecânica 64
4.1.1 CID e Ensaio de Tração 64
4.1.2 Ensaio de flexão 71
4.1.3 Ensaio de impacto 74
4.2 Análise da superfície fraturada: MEV 75
4.3 Análise térmica 78
4.3.1 TG / DTG 78
4.3.2 DSC 80
4.4 DCB 82
4.5 Análise da superfície fraturada: µCT 86
CONCLUSÃO 88
5.1 Conclusões 88
5.2 Sugestões para trabalhos futuros 90
REFERÊNCIAS 91
ANEXOS – Publicações em revistas científicas indexadas e anais de congressos nacionais/internacionais 100
ANEXO A – A. L. Pereira; M. D. Banea; J. S. S. Neto; D. K. K. Cavalcanti. Mechanical and thermal characterization of natural intralaminar hybrid composites based on sisal. Polymers 2020, 12, 866. 100
ANEXO B – A. L. Pereira; M. D. Banea; A. B. Pereira. Effect of intralaminar hybridization on mode I fracture toughness of natural fiber-reinforced composites. J. Braz. Soc. Mech. Sci. Eng. 2020, 42:451. 100
ANEXO C – A. L. Pereira; D. K. K. Cavalcanti; J. S. S. Neto; R. A. A. Lima; M. D. Banea. Hybrid composites with natural vegetable fibers – IV Congresso Ibero-Americano de Empreendedorismo, Energia, Ambiente e Tecnologia, Angra dos Reis, RJ, Brazil. 2018. 100
ANEXO D – A. L. Pereira; A. B. Lemos; R. O. Santos; M. D. Banea. Mechanical characterization of vegetal composites using DIC – 10th Brazilian Congress on Manufacturing Engineering, São Carlos, SP, Brazil. 2019. 100
ANEXO E – A. L. Pereira; R. O. Santos; M. D. Banea; A. B. Pereira. Mode I fracture of hybrid NFRC. TEchMA 2020 – 3rd International Conference on Technologies for the Wellbeing and Sustainable Manufacturing Solutions, Aveiro, Portugal. 100

INTRODUÇÃO

1.1 Contextualização

A principal área descrita nesta tese são os Compósitos Reforçados com Fibras Naturais (CRFNs), especificamente os de reforço com fibras vegetais. Devido à crescente preocupação com o meio ambiente, pesquisas e aplicações com CRFNs estão aumentando nas áreas acadêmica e industrial. Assim, o uso de fibras vegetais vem se destacando como reforço em matrizes poliméricas e na busca de potenciais materiais inovadores para Engenharia.

Nesse contexto, há um interesse industrial em materiais que não agridam ao meio ambiente, que sejam de baixo custo e utilizam reforços de fibras vegetais. Algumas aplicações que utilizam CRFNs e fibras vegetais são: na indústria esportiva em equipamentos de proteção (caneleiras e capacetes), na construção civil (tijolos), indústria automotiva (forros de portas, painéis, etc.), instrumentos musicais, etc. Em algumas aplicações não estruturais, os CRFNs podem ser uma alternativa para os compósitos reforçados com fibras sintéticas (GURUNATHAN; MOHANTY; NAYAK, 2015).

No entanto, o uso de fibras vegetais é limitado em aplicações de estruturas secundárias devido a algumas características: as propriedades físicas variam com a idade e espécie da planta, situação do solo, clima, alta absorção de umidade, propriedades mecânicas menores quando comparado às fibras sintéticas (ex.: fibra de vidro, poliéster, aramida, HMPE, etc.), adesão fibra-matriz (características hidrofílicas das fibras e hidrofóbicas da matriz polimérica), entre outros fatores (JUNIOR, 2017, p. 21 e 42). Para melhorar essas propriedades alguns métodos são descritos na literatura: tratamentos superficiais, combinações de polímeros, adição de nanopartículas e hibridização (SHESAN et al., 2019, p. 7-13).

Diversas pesquisas foram feitas a fim de melhorar as limitações descritas acima, com objetivos de estimular o uso das fibras vegetais e de ser uma substituta da fibra de vidro. Alguns exemplos de trabalhos científicos na literatura que utilizam fibras vegetais como reforços em compósitos e aplicaram algum método descrito acima para

melhorar as propriedades físicas são: (ASHRAF et al., 2019; FARUK et al., 2012; FERREIRA et al., 2019; GUPTA, 2018; RAMZY et al., 2014; SAHU; GUPTA, 2017).

Para aumentar o campo de aplicações dos CRFNs, estudos adicionais devem ser feitos, por exemplo, a resistência à fratura por delaminação. Mecanismos de dano e ruína são um dos principais defeitos que levam a falha em estruturas ou componentes feitos com compósitos, já que, na maioria das vezes a delaminação não é visível a olho nu. Na literatura, estudos de sensibilidade à delaminação em CRFNs ainda são limitados, alguns exemplos são: (ALMANSOUR; DHAKAL; ZHANG, 2017; NASUHA; AZMI; TAN, 2017; RAVANDI et al., 2016). Estas pesquisas avaliam a variação da tenacidade a fratura em modo I (G_{Ic}). Este parâmetro (G_{Ic}) é adequado para materiais frágeis e representa a capacidade do material resistir à fratura ou a propagação de trincas (HODGKINSON, 2000).

Apesar dos estudos anteriores já mostrarem compósitos reforçados com fibras vegetais, métodos para melhorar as propriedades físicas e testes adicionais com CRFNs, a maioria dos trabalhos concentrou-se na hibridização interlaminar (cada camada do compósito com um tipo de fibra vegetal). Na literatura, uma constatação é que estudos com hibridização intralaminar (diferentes fibras vegetais na mesma camada do compósito) ainda não foram muito explorados.

1.2 Motivação

A motivação para a realização desse trabalho se deve na busca de materiais que possam substituir fibras sintéticas, por exemplo a fibra de vidro (uma das fibras sintéticas comerciais mais utilizadas). Estas apresentam um maior custo e alto impacto ambiental, tanto na produção quanto na dificuldade de reciclagem, além de apresentarem alta toxicidade na sua produção e utilização. O processo de fabricação dos CRFNs é mais barato, o que resulta num produto de baixo custo e grande capacidade competitiva no mercado, sendo economicamente vantajosa a sua implantação em indústrias locais (SAFRI et al., 2018; TOMCZAK; SATYANARAYANA; SYDENSTRICKER, 2007).

Além disso, em 2015 nos EUA, foi implantado pelos países membros da Organização das Nações Unidas (ONU) um plano de ação com 17 objetivos para o

desenvolvimento sustentável (econômico, social e ambiental), a Agenda 2030. Pode-se destacar dessa Agenda, o objetivo 9 que trata de fortalecer as pesquisas científicas e incentivar a busca de inovação. Também pode-se citar o objetivo 12 que trata do uso eficiente de recursos naturais, redução da geração de resíduos e apoio aos países em desenvolvimento na busca da mudança de produção e consumo mais sustentáveis (AGENDA 2030, 2015). No Brasil, foi publicado a portaria nº 333 de agosto de 2018, com estratégias para alcançar os objetivos dessa Agenda 2030 (BRASIL, 2018).

Exemplos de mais motivos para realização desse trabalho: 1) as fibras vegetais são ecologicamente sustentáveis (uma fibra sintética pode levar até 150 anos para se decompor no solo); 2) com a utilização e aplicação dessas fibras, consequentemente estimula a economia de muitas regiões, gerando emprego e renda locais; 3) possui baixo impacto ambiental; 4) baixo custo em comparação com as fibras sintéticas; 5) são capazes de serem fornecidas em grandes quantidades; 6) redução do uso de polímero (resina) em prol do uso de mais fibras vegetais; 7) estímulo de uso de elementos de reforço que de outra forma poderiam ser tratados como resíduos; e 8) o Brasil é um grande produtor das fibras vegetais de sisal e juta, e a fibra de curauá é exclusivamente brasileira.

1.3 Objetivos geral e específicos

Esta tese teve como objetivo principal identificar os efeitos da hibridização intralaminar nas propriedades mecânicas, térmicas e na resistência à fratura em modo I de compósitos epóxi a base de sisal e juta. Para a concretização do objetivo geral, os objetivos específicos foram divididos nos seguintes itens:

i) Comparar as propriedades mecânicas dos compósitos não híbrido de sisal (S), e híbridos (vegetal + vegetal) de sisal + rami (S + R), sisal + curauá (S + C) com o compósito híbrido (vegetal + sintético) reforçado com fibra de vidro: sisal + vidro (S + V);
ii) Estudar o efeito intralaminar na estabilidade térmica dos compósitos não híbrido de S, e híbridos de S + R, S + C e S + V, por técnica de análise térmica;
iii) Avaliar a sensibilidade de delaminação dos compósitos não híbridos: S e J, e

híbridos: S + C e juta + curauá (J + C);

iv) Analisar os mecanismos e forma das trincas das superfícies fraturadas dos compósitos híbridos.

1.4 Metodologia

A metodologia de pesquisa na primeira etapa do trabalho foram: um estudo dos mecanismos que melhoram as propriedades mecânicas, onde foi escolhida a hibridização intralaminar, por ter poucos trabalhos na literatura. A proporção foi de 60% de tecido bidirecional de sisal e 40% das outras fibras (R, C ou V) costuradas numa mesma direção (unidirecional, 0º). Fabricação dos compósitos por laminação manual (*hand lay-up*) utilizando uma resina epóxi bicomponente (AR-260 / AH-260), numa prensa térmica. Ensaios de tração utilizando Correlação de Imagens Digitais (CID), flexão e impacto para a caracterização mecânica. As análises morfológicas das superfícies fraturadas foram feitas usando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Para análise térmica foram utilizadas as técnicas de Termogravimetria (TG/DTG) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

A metodologia de pesquisa na segunda etapa do trabalho foram: um estudo dos modos de solicitação de trincas para caracterizar a resistência à fratura por delaminação, onde foi escolhido o modo I de abertura, por ser um dos mais usuais e ter poucos trabalhos com CRFNs na literatura (MOORE, 2004). Hibridização intralaminar na proporção de 60% de tecido bidirecional de sisal ou juta, e 40% da fibra de curauá costurada numa mesma direção (unidirecional, 0º). Fabricação dos compósitos por laminação manual (*hand lay-up*) utilizando uma resina epóxi bicomponente (AR-260 / AH-260), com um defeito pré-existente (filme de teflon PTFE) para simular a trinca inicial, numa prensa térmica. Foram feitos ensaios de *Double Cantilever Beam* (DCB) para avaliar a resistência à fratura em modo I, utilizando a Teoria das Vigas Corrigidas (TVC) e 3 critérios diferentes para análise dos dados, observação visual (VIS), não linearidade (NL) e 5% de desvio ou carga máxima (5%/Max). A trinca e a forma de propagação no interior dos compósitos híbridos foram observadas utilizando um equipamento de raios-X computadorizado. A Figura 1.1 mostra um fluxograma resumindo as etapas para o desenvolvimento da tese.

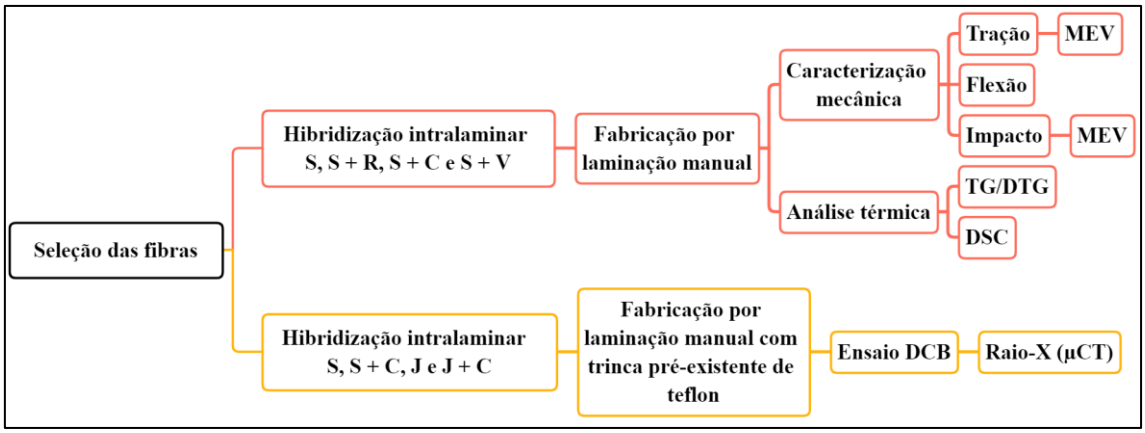


Figura 1.1 – Fluxograma das etapas para o desenvolvimento da tese.

Fonte: Produzido pelo autor, 2020.

1.5 Organização do trabalho

A tese é composta por 5 capítulos. Inicialmente, o capítulo 1 (**INTRODUÇÃO**), descreve a contextualização, a importância e a motivação de estudar o tema de CRFNs. Além disso, apresenta as lacunas, os objetivos gerais e específicos a serem desenvolvidos, a metodologia utilizada na pesquisa e a organização do trabalho.

No segundo capítulo (**REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**), realiza-se o referencial teórico sobre fibras vegetais, compósitos, CRFNs e resistência à fratura em modo I e pesquisas com hibridização interlaminar e intralaminar.

No terceiro capítulo (**MATERIAIS E MÉTODOS**), são apresentados os materiais, a técnica da hibridização intralaminar, o processo de fabricação dos compósitos, os equipamentos para a caracterização mecânica, análise térmica, ensaio DCB, análises das fraturas e métodos para obtenção dos dados de laboratório.

No quarto capítulo (**RESULTADOS E DISCUSSÃO**) está descrito os principais resultados encontrados nos ensaios experimentais.

O quinto capítulo (**CONCLUSÃO**) apresenta às conclusões obtidas nessa pesquisa, considerações finais e descreve algumas sugestões para trabalhos futuros.

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão da literatura está organizada com o intuito de apresentar os conceitos, fundamentos técnicos necessários para o entendimento do trabalho, recentes pesquisas, aplicações e o estado da arte.

2.1 Fibras naturais e sintéticas

No contexto da fabricação de compósitos poliméricos, pode-se definir fibras como elementos de reforço e uma reunião de monofilamentos contínuos, orientados numa direção e unidos por um aglomerante (MARINUCCI, 2011, p.75). As fibras possuem pequenos diâmetros e estão disponíveis na forma de fibras curtas ou contínuas (CALLISTER, 2000, p.370). A Figura 2.1 mostra a classificação (natural e sintética) das fibras de reforço (GURUNATHAN; MOHANTY; NAYAK, 2015).

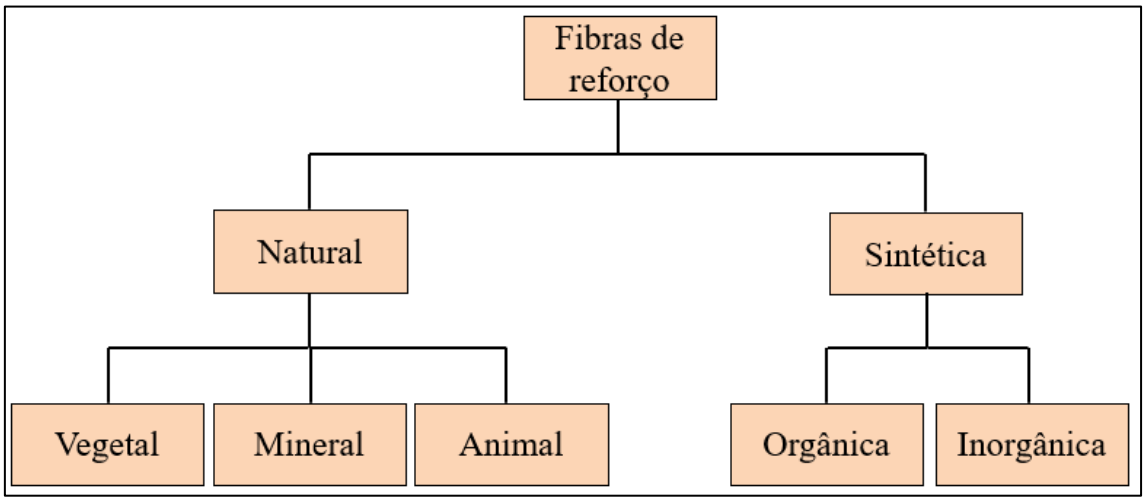


Figura 2.1 – Classificação das fibras de reforço.

Fonte: Adaptado de Gurunathan, Mohanty, Nayak (2015, p.8).

As fibras naturais se dividem em vegetal, extraída de diferentes partes da planta (Ex.: algodão – semente, curauá – folha, juta – caule, linho – caule, rami – caule, sisal – folha), mineral (Ex.: amianto, basalto, lã de rocha) e animal (Ex.: seda, lã). As fibras sintéticas são de origem química e se dividem em orgânicas (Ex.: aramida, poliéster,

polietileno) e inorgânicas (Ex.: carbono, vidro) (GURUNATHAN; MOHANTY; NAYAK, 2015; JUNIOR, 2017). As fibras sintéticas mais utilizadas para reforço na fabricação de compósitos são as fibras de vidro, fibras aramidas[1] e fibras de carbono (MARINUCCI, 2011, p.64).

As fibras têm pouca utilidade estrutural se não estiverem aglutinadas e estabilizadas numa matriz. Isoladas, somente resistem a esforços de tração (NETO; PARDINI, 2016, p.77). A utilização de fibras naturais como reforço em compósitos vem ganhando espaço, devido serem materiais recicláveis e de baixo custo comparado com as fibras sintéticas (NETO; PARDINI, 2016, p.118).

A seguir, são apresentadas as fibras de reforço utilizadas nesta tese, com foco na fibra de vidro (sintética - inorgânica), e as fibras de sisal, rami, curauá e juta (natural - vegetal).

2.1.1 Fibra de vidro

Das fibras sintéticas, a fibra de vidro é uma das mais utilizadas em compósitos de matriz polimérica. Isso se deve ao seu baixo preço, alta resistência à tração e boa relação custo/benefício entre os reforços de origem sintética (NETO; PARDINI, 2016, p.79). As matérias-primas para a fabricação do vidro são o silício contido nas areias, que misturado com o calcário, ácido bórico, carvão e argila são fundidas num forno refratário numa temperatura de aproximadamente 1450ºC. As fibras de vidro são isotrópicas, ou seja, o módulo de elasticidade nas direções axial e transversal são iguais (MARINUCCI, 2011, p.65). Algumas aplicações que utilizam fibra de vidro são tubulações e elementos de compósitos *topside* de unidades *offshore*. Algumas desvantagens da fibra de vidro são a autoabrasividade, baixa resistência à fadiga quando agregadas em compósitos e do ponto de vista ambiental não são renováveis e nem recicláveis (NETO; PARDINI, 2016, p.79).

De acordo com a composição da matéria-prima, as fibras de vidro apresentam diferenças de desempenho com o objetivo de atender a vários segmentos do mercado. As fibras de vidro do tipo A, oferecem uma boa resistência química, porém não é

[1] A fibra de aramida é conhecida como Kevlar ®, marca registrada da empresa DuPont.

recomendada em aplicações que exigem isolamento elétrico, por apresentar elevado conteúdo de álcalis. A fibra de vidro do tipo E foi desenvolvida com reduzido teor de álcalis, para solucionar a questão do isolamento elétrico, e é a padrão no mercado como reforço na fabricação de compósitos. A do tipo C tem elevada resistência química, sendo utilizada em superfícies que tem contato direto com produtos químicos (MARINUCCI, 2011, p.81). A do tipo S apresentam maior custo e tem resistência à tração aproximadamente 40% a mais do que a do tipo E (NETO; PARDINI, 2016, p.81). A Tabela 2.1 mostra a composição química das fibras de vidro dos tipos E e S.

Tabela 2.1 – Composição química das fibras de vidro dos tipos E e S.

Composição	**SiO_2**	**Al_2O_3**	**B_2O_3**	**MgO**	**CaO**	**Na_2O**
Vidro E	55,2	14,8	7,3	3,3	18,7	-
Vidro S	65	25	-	10	-	-

Fonte: Adaptado de (MARINUCCI, 2011; NETO; PARDINI, 2016).

A Tabela 2.2 mostra as propriedades mecânicas e custo das fibras de vidro do tipo E e S.

Tabela 2.2 – Propriedades e custo das fibras de vidro dos tipos E e S.

Propriedades	**Vidro E**	**Vidro S**
Massa específica (g/cm^3)	2,55	2,48
Módulo de elasticidade (GPa)	70 - 76	85,5
Resistência à tração (MPa)	2000 - 3500	4585
Deformação (%)	1,8 – 4,8	5,7
Preço (US$) / kg	1,65 – 2,20	13,0 – 17,5

Fonte: Adaptado de (MARINUCCI, 2011; NETO; PARDINI, 2016), (WAMBUA; IVENS; VERPOEST, 2003) e (CAVALCANTI et al., 2019).

A fibra de vidro utilizada como reforço dos compósitos nesta tese foi a do tipo E (Fig. 2.2).



Figura 2.2 – Fibra de vidro do tipo E.

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

2.2 Fibras vegetais

Fibras vegetais podem ser definidas como o resultado macroscópico de uma estrutura ligninocelulósica formada por três principais polímeros: celulose, hemicelulose e lignina, com maior, médio e menor peso molecular, respectivamente (JUNIOR, 2017, p.15). As fibras vegetais também apresentam em menores quantidades pectina, proteína, cera, gordura, graxa, óleo, resina, açúcar, sal e sílica, variando sua composição química em função das condições naturais, tais como a espécie de vegetal, tipo do solo e clima (JUNIOR, 2017, p.15).

As fibras vegetais são fontes de matérias-primas renováveis, sustentáveis e abundantes em muitas regiões de um país, estimulando a economia social. Segundo Scolari (2006) a produção de fibras vegetais no mundo vem aumentando, porém ainda falta em diversos países uma tecnologia que atenda às necessidades futuras. No Brasil, a produção total de fibras vegetais (algodão, sisal, rami e juta) apresentou fases alternadas (1970 a 1995), onde alcançou um recorde de 1498,5 mil toneladas em 2004 (SCOLARI, 2006).

2.2.1 Estrutura das fibras vegetais

Células vegetais são conjuntos de pequenas estruturas aglomeradas e encapsulada por uma membrana, também chamada de parede celular (JUNIOR, 2017,

p.17). A Figura 2.3 ilustra a estrutura típica de uma célula vegetal e seus demais constituintes.

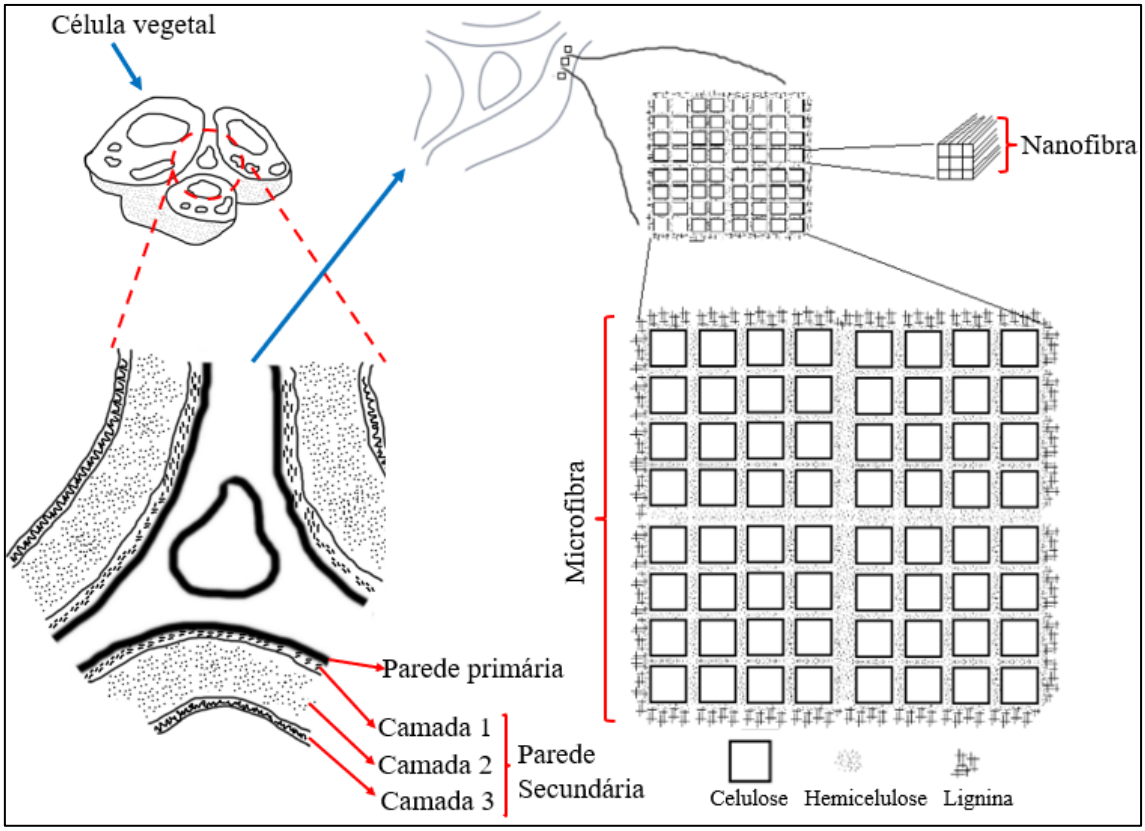


Figura 2.3 – Estrutura típica de uma célula vegetal e seus constituintes.

Fonte: Adaptado de (JUNIOR, 2017, p.25).

Na parede celular encontra-se a parede primária e parede secundária. A parede primária é a mais delgada e é responsável pela primeira ação de proteção física da estrutura. A parede secundária possui 3 camadas, onde a camada 2 é a mais espessa em comparação com as camadas 1 e 3. Também na camada 2 é onde se concentra uma grande quantidade de celulose, hemicelulose e lignina (JUNIOR, 2017, p.23).

Essas paredes e camadas pode variar dependendo da espécie da fibra vegetal, por exemplo: a fibra da palha de trigo pode apresentar duas paredes, sendo que a segunda parede não apresenta 3 camadas; o bambu apresenta uma estrutura diferente em comparação à outras fibras vegetais, é formada por camadas espessas, semelhante ao bagaço da cana-de-açúcar, sendo o número de camadas podendo ser maior do que 10 (JUNIOR, 2017, p.43).

A celulose é a maior responsável pela forma estrutural e alongada dos vegetais. É um polímero natural de cadeia longa e está presente na estrutura da maioria dos vegetais. Por exemplo, o tamanho da cadeia da fibra de rami tem um grau de polimerização de aproximadamente 6500. A nanofibra é um conjunto coeso de feixes de macromoléculas de celulose, suas dimensões estão em torno de 3 a 10 nm (JUNIOR, 2017, p.25).

As microfibras são formadas por um conjunto de nanofibras de celulose e estão conectadas pela hemicelulose, ou seja, a hemicelulose tem a função de estruturar e preencher os espaços vazios de uma célula vegetal. Atua também como regulador de distância entre as nanofibras de celulose. Isso ao longo do eixo das nanofibras é responsável pela resistência mecânica da microfibra e da estrutura vegetal (JUNIOR, 2017, p.61).

A lignina forma uma grande rede molecular, preenchendo os espaços vazios deixados pela celulose e hemicelulose, selando a empacotando um conjunto de feixe de celulose. Tem como função agir como uma membrana protetora, além de controlar o fluxo de fluidos, resistência contra fungos e bactérias, armazenamento de energia e retardante de chama. Por exemplo, a fibra de coco tem um alto teor de lignina e apresenta uma alta resistência à temperatura (JUNIOR, 2017, p.14).

A formação da fibra vegetal se dá então pela união de várias microfibras com configuração em forma de hélice. O ângulo helicoidal de uma fibra vegetal tem o papel importante de capacitar a fibra em ter maior ou menor resistência mecânica quando tensionada (JUNIOR, 2017, p.41).

2.2.2 Classificação e propriedades das fibras vegetais

As fibras vegetais podem ser classificadas quanto a sua origem, ou seja, das diferentes partes da planta de onde foram retiradas (semente, folha, fruto ou caule) (JUNIOR, 2017, p.120). A Figura 2.4 mostra a classificação de algumas fibras vegetais quanto a sua origem, dando destaque para as fibras de reforço utilizadas nesta tese.

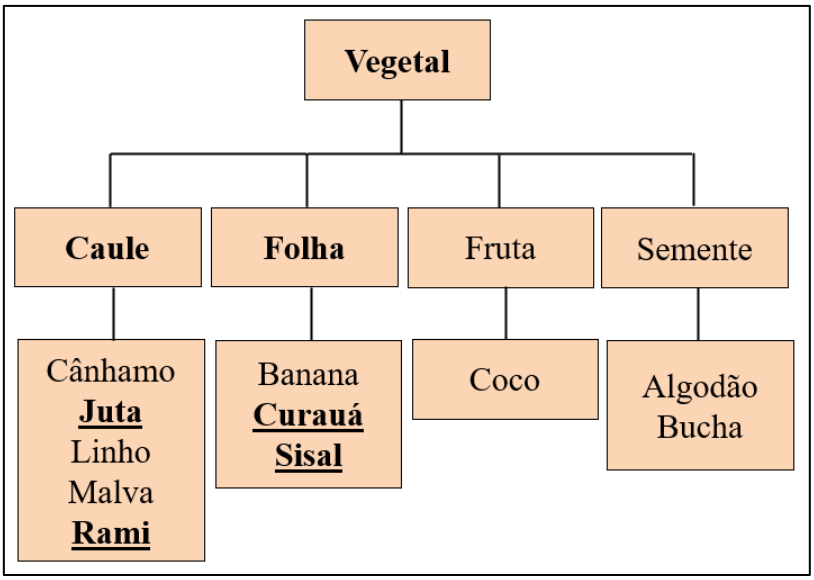


Figura 2.4 – Classificação das fibras vegetais de acordo com a origem.

Fonte: Adaptado de (JUNIOR, 2017, p.121) e (GHALIA; ABDELRASOUL, 2018, p.124).

De acordo com Scolari (2006) as fibras vegetais mais importantes produzidas no Brasil são o algodão, a juta, o rami e o sisal. Junior (2017) relata que a fibra do algodão ainda é a fibra vegetal mais utilizada industrialmente no mundo, em comparação com outras fibras vegetais, podendo chegar à 40% da produção mundial. Segundo Tomczak et al. (2007) uma fibra vegetal brasileira que vem ganhando bastante atenção no Brasil e no mundo, desde 1993, é a fibra de curauá, principalmente por indústrias automobilísticas.

A Tabela 2.3 apresenta as propriedades físicas de algumas fibras vegetais encontradas na literatura. Por se tratar de um vegetal, que depende da idade da planta, desenvolvimento, tipos de solo e condições climáticas, algumas diferenças podem ser encontradas na literatura, assim os valores correspondem a uma média de valores observados.

Tabela 2.3 – Propriedades físicas das fibras vegetais.

Fibra	**Massa específica (g/cm^3)**	**Comprimento (mm)**	**Diâmetro (µm)**	**Ângulo helicoidal**
Algodão	1,5 - 1,6	10 - 60	10 - 45	20 - 34
Bagaço de cana	1,25	10 - 400	10 - 35	-
Bambu	0,6 - 1,1	1,5 - 4	25 - 40	-
Banana	1,35	20 - 900	12 - 250	11
Coco	1,1 - 1,4	20 - 150	10 - 460	40 - 50
Curauá	1,33	35	46 ± 13	-
Juta	1,15	1,5 - 120	66 ± 13	7 - 9
Linho	1,4 - 3,0	5 - 900	12 - 600	5 - 10
Rami	1,20	40 - 250	95 ± 5	7 - 8
Sisal	1,30	50 - 900	150 ± 1	10 - 22

Fonte: Adaptado de (JUNIOR, 2017, p.123), (LIMA et al., 2020) e (GURUNATHAN; MOHANTY; NAYAK, 2015).

Para efeito de comparação pode ser observado na Tab. 2.3 que a massa específica das fibras vegetais é aproximadamente a metade da massa específica da fibra de vidro do tipo E (2,54 g/cm^3, Tab. 2.2), ou seja, massa específica menor e baixo valor reduz o peso e custo do produto final. A Tabela 2.4 apresenta as propriedades mecânicas de algumas fibras vegetais encontradas na literatura.

Tabela 2.4 – Propriedades mecânicas das fibras vegetais.

Fibra	Resistência à tração (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Deformação (%)
Algodão	287 - 597	6 - 10	2 - 10
Bagaço de cana	222 - 290	17 - 27	18
Bambu	140 - 441	11 - 36	2,5 - 3,5
Banana	529 - 914	27 - 32	5 - 6
Coco	95 - 230	2,8 - 6	15 - 25
Curauá	1930 ± 249,5	87,23 ± 15,40	3,94 ± 0,60
Juta	254,5 ± 80,3	22,33 ± 10,10	2,52 ± 0,40
Linho	340 - 2000	25 - 103	1,2 - 3,3
Rami	212,32 ± 7,28	30,39 ± 10,80	2,62 ± 0,20
Sisal	398,48 ± 83,70	61,99 ± 25,30	2,74 ± 0,70

Fonte: Adaptado de (JUNIOR, 2017, p.124), (LIMA et al., 2020) e (GURUNATHAN; MOHANTY; NAYAK, 2015).

A Tabela 2.5 mostra a composição química de algumas fibras vegetais encontradas na literatura, onde %p/p significa percentual peso/peso.

Tabela 2.5 – Composição química das fibras vegetais.

Fibra	Celulose (%p/p)	Hemicelulose (%p/p)	Lignina (%p/p)	Pectina (%p/p)	Outros (%p/p)
Algodão	82,7 - 92,7	5,7	2	1 - 5,7	0,6
Bagaço de cana	32 - 55,2	16,8	19 - 25,3	-	-
Bambu	26 - 65	30	5 - 31	-	-
Banana	63 - 67,6	10 - 19	5	-	-
Coco	32 - 43,8	15 - 20	40 - 45	3 - 4	2 - 3
Curauá	70,7 - 73,6	9,9	7,5 - 11,1	-	-
Juta	50 - 71,9	13,6 - 20,4	11,8 - 13	0,2 - 0,4	0,5
Linho	62 - 72	16,7 - 20,6	2 - 5	1,8 - 2,3	1,5 - 1,7
Rami	68,6 - 91	5 - 16,6	0,6 - 0,7	1,9	0,3
Sisal	67 - 78	10 - 14	8 - 11	0,8 - 10	0,3 - 2

Fonte: Adaptado de (GHALIA; ABDELRASOUL, 2018), (JUNIOR, 2017, p.124), (LIMA et al., 2020) e (GURUNATHAN; MOHANTY; NAYAK, 2015).

Os diâmetros (Tab. 2.3), a resistência à tração, o módulo de elasticidade e o alongamento (Tab. 2.4) dos fios das fibras de curauá, juta, rami e sisal foram encontrados em laboratório (LIMA et al., 2020). Cada fibra vegetal tem suas características e a escolha vai depender qual tipo de aplicação será utilizada, ou seja, artesanal, estrutural civil, mecânica, etc. Nos itens seguintes apresenta-se uma revisão sobre características térmicas e as fibras vegetais utilizadas nesta tese.

2.2.3 Características térmicas das fibras vegetais e da fibra de vidro

A Figura 2.5 mostra a temperatura de degradação dos constituintes da fibra vegetal e de matrizes poliméricas.

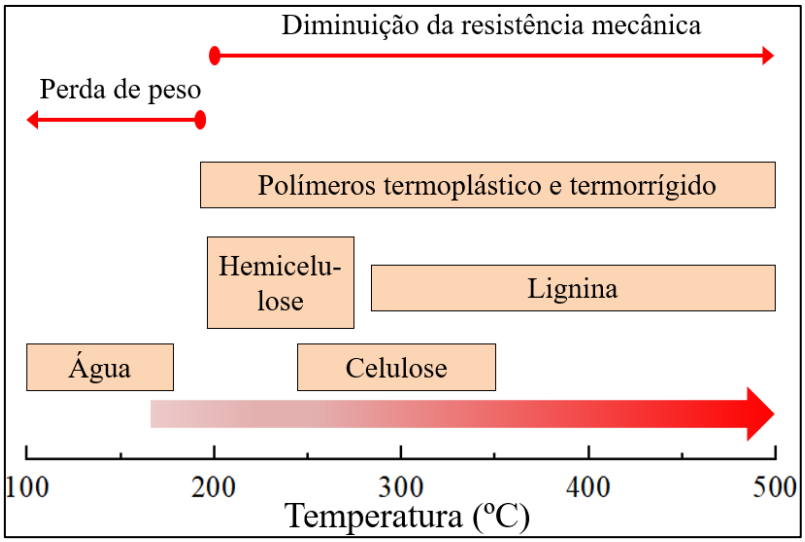


Figura 2.5 – Temperatura de degradação das fibras vegetais.

Fonte: Adaptado de (LAU et al., 2018).

As fibras vegetais apresentam 3 etapas para a sua degradação térmica. O primeiro constituinte a se degradar é a hemicelulose e ocorre entre 200 a 260ºC. A segunda a se degradar é a celulose e ocorre entre 240 a 350ºC. A lignina é a terceira e é o constituinte mais resistente à degradação térmica, ocorre entre 280 a 500ºC (JUNIOR, 2017, p.113 e 114).

Segundo Monteiro et al. (2012) a temperatura de degradação onde a fibra de vidro começa a perder peso (5% em peso) é a partir de 586ºC e num reforço de compósito de matriz epóxi (5% em peso) é a partir de 400 ºC.

2.2.4 Fibra de sisal (*Agave sisalana*)

O sisal (nome científico: *Agave sisalana*) tem como origem a América Central, especificamente o México. A extração das fibras é a partir de suas folhas e é uma das fibras vegetais mais duras que existe produzida no mundo (EMBRAPA, 2008). A planta de sisal tem vida útil de até 10 anos e produz até 250 folhas (RAMBABU; NAIDU; KONA, 2019). De acordo com Senthilkumar et al. (2018) a fibra de sisal desempenhará um papel importante como material de construção estrutural e não estrutural na indústria. A Figura 2.6 mostra uma imagem da planta de sisal.



Figura 2.6 – Planta da qual se remove da folha a fibra de sisal.

Fonte: (EMBRAPA, 2006).

De acordo com Li et al. (2000) a fibra de sisal é um reforço promissor em compósitos, devido ao baixo custo, alta resistência mecânica, sem risco à saúde e de fácil disponibilidade em muitos países. No Brasil se adaptou bem ao clima seco e ao sol intenso, especificamente no Nordeste brasileiro. Além do Brasil, também são cultivadas na Índia e na Tanzânia (LI; MAI; YE, 2000).

Segundo a Embrapa (2013), no semiárido baiano se encontra o chamado Território do Sisal, composto por 20 municípios com área de 21 km² e 555 mil habitantes, aproximadamente. A Embrapa em parceria com outras instituições governamentais fornecem suportes informativos para o desenvolvimento da agricultura familiar desse território em diversas atividades: econômicas, políticas públicas, no desenvolvimento de pesquisas e projetos, etc. (EMBRAPA, 2013). A Figura 2.7 mostra um gráfico do valor da produção anual da fibra de sisal no Brasil entre 2009 até 2018.

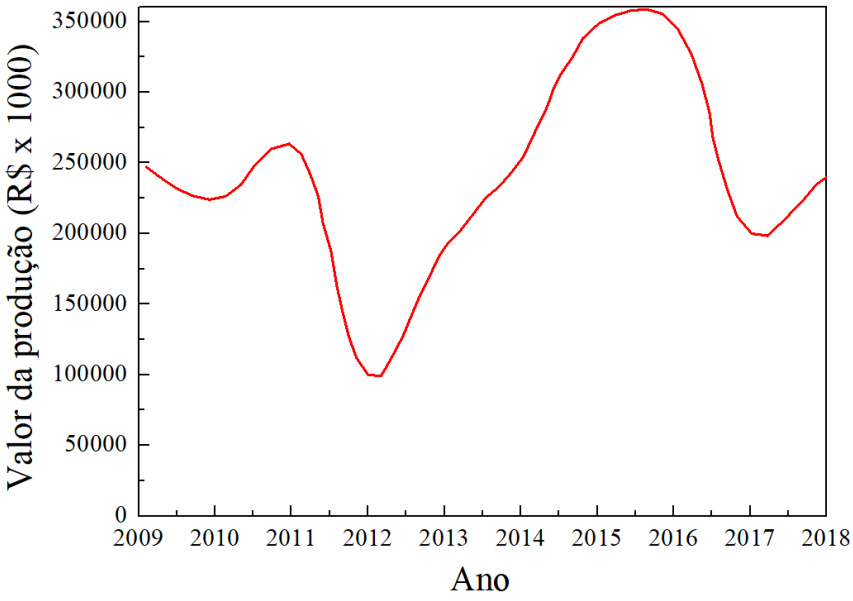


Figura 2.7 – Valor da produção anual da fibra do sisal no Brasil entre 2009 até 2018.

Fonte: (IBGE, 2020).

Martin et al. (MARTIN et al., 2010) analisaram termicamente a fibra de sisal em atmosferas de ar (não inerte) e nitrogênio (inerte). A técnica de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) mostrou que a degradação dos constituintes está associada ao tipo de atmosfera da análise. A celulose se degradou no evento endotérmico com atmosfera inerte, enquanto na atmosfera não inerte ocorreu no evento exotérmico. Foi encontrado que nas fibras de sisal com remoção da lignina, a degradação térmica da hemicelulose e celulose ocorreu em temperaturas mais baixas.

Senthilkumar et al. (2018) mostraram em seu trabalho de revisão que as propriedades mecânicas de compósitos epóxi reforçados com fibra de sisal variam com diferentes porcentagens de fibras. Foi mostrado que o compósito com 30% de fibras apresentou o maior valor para resistência à tração, comparados com os compósitos com 20%, 25% e 15%. Os maiores valores para resistência à flexão foram os compósitos com 30%, 25%, 15% e 20% de fibras de sisal, nessa sequência.

2.2.5 Fibra de rami (*Boehmeria nivea*)

O rami (nome científico: *Boehmeria nivea*) tem como origem a Ásia oriental, dos vales do sudoeste da China, onde se espalhou para as Filipinas, Índia, Japão, Coréia

e Europa (ROMANZINI et al., 2013). Seu cultivo iniciou no Brasil em 1884, em Santa Catarina. Além desse estado, Rio Grande do Sul e Espírito Santo também são considerados introdutores do cultivo do rami no Brasil. A extração das fibras é a partir de seus caules e para um crescimento favorável, se adapta melhor em regiões com alta precipitação de chuvas. A maior produção está concentrada no Estado do Paraná. Os maiores produtores mundiais são as Filipinas, a China e o Brasil (EMBRAPA, 1996). A Figura 2.8 mostra uma planta de rami.



Figura 2.8 – Planta da qual se remove do caule a fibra de rami.

Fonte: (EMBRAPA, 1996)

Simonassi et al. (2017) estudaram as propriedades mecânicas de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de rami com diferentes porcentagens de fibras (0, 10, 20 e 30%). Foi mostrado que os maiores resultados para resistência à tração, flexão e impacto foi o do compósito de 30% em porcentagem de fibra.

2.2.6 Fibra de curauá (*Ananas erectifolius*)

O curauá (nome científico: *Ananas erectifolius*) é uma planta nativa da Amazônia, i.e., é uma fibra vegetal 100% brasileira. A extração das fibras é a partir de suas folhas e pertence à mesma família do abacaxi. Desde 1993 tem atraído a atenção da indústria automobilística, quando foi reconhecido o seu valor comercial (TOMCZAK; SATYANARAYANA; SYDENSTRICKER, 2007).

É uma fibra vegetal com possibilidades de ser uma alternativa para a fibra de

vidro (sintética), devido ser muito resistente mecanicamente, macia e leve (EMBRAPA, 2007; ZAH; LEAO; HISCHIER, 2007). A resistência à tração é de 5 a 9 vezes maior do que a da juta, rami e sisal (Tab. 2.4). Segundo Cordeiro et al. (2019) o cultivo de curauá vem assumindo um papel importante na economia do estado do Pará, pois cria oportunidades de emprego e renda, gerando economia social. A Figura 2.9 mostra uma planta da qual são retiradas as fibras de curauá.



Figura 2.9 – Planta da qual se remove da folha a fibra de curauá.

Fonte: (EMBRAPA, 2010).

Tomczak et al. (2007) estudaram as propriedades mecânicas da fibra de curauá. Verificou-se que a resistência à tração e o módulo de elasticidade aumentaram, enquanto a deformação permaneceu constante, em função da diminuição do diâmetro da fibra. Diferentes taxas de deslocamentos também tiveram efeito nas propriedades mecânicas.

Monteiro et al. (2017) estudaram a resistência ao impacto de compósitos de matriz poliéster com 30% de reforço de fibra de curauá para a segunda camada de coletes balísticos. Um colete balístico possui duas camadas: uma primeira de cerâmica mais rígida e uma segunda, geralmente fibra de aramida (sintética). Foram mostrados que o desempenho balístico e a integridade da camada reforçada com fibra de curauá foi semelhante a camada reforçada com fibra de aramida. Concluíram que levando em

consideração vantagens ambientais e econômicas, a fibra de curauá pode ser um substituto a fibra de aramida como uma segunda camada em coletes balísticos.

Maciel et al. (2018) estudaram o comportamento de 3 tipos de compósitos epóxi (0% de fibra, 30% de fibra de curauá e 30% de fibra de vidro), em ensaios de tração. Foi mostrado que o valor da resistência à tração para o compósito reforçado com fibra de vidro foi maior comparado com os demais. Porém, comparando os resultados com a razão resistência por densidade, verificou-se que o compósito reforçado com fibra de curauá teve resultado melhor que o de vidro.

2.2.7 Fibra de juta (*Corchorus capsularis*)

A juta (nome científico: *Corchorus capsularis*) no Brasil teve início diretamente com a cultura do café, onde durante o século 19 e início do século 20 o país precisava de sacarias para armazenar e exportar esse produto. A cultura da juta começou em São Paulo, porém não obteve êxito. Teve sucesso na Amazônia com a chegada de imigrantes japoneses em 1930. Desde então, a juta dinamizou a economia dos estados do Amazonas e do Pará (FERREIRA; HOMMA, 2017). A fibra de juta é removida do caule da planta. A Figura 2.10 mostra uma planta da qual são retiradas as fibras de juta.



Figura 2.10 – Planta da qual se remove do caule a fibra de juta.

Fonte: (REVISTA GLOBO RURAL, 2010)

Ashraf et al. (2019) mostraram em seu trabalho de revisão que compósitos à

base de fibras de juta vêm atraindo muito a atenção da indústria e academia, devido a boas propriedades físicas. Incentivam o uso da fibra de juta em compósitos devido ao uso industrial excessivo de fibras sintéticas. Foi mostrado que métodos como tratamentos químicos ou hibridização com outras fibras vegetais ou sintéticas, podem superar as limitações das fibras vegetais, por exemplo falta de adesão entre fibra-matriz.

2.3 Matriz polimérica

Segundo Callister (2000), Neto e Pardini (2016) as resinas de menor custo e mais usadas como matrizes poliméricas são os poliésteres e os vinilésteres, ambas são muito utilizadas em compósitos reforçados com fibra de vidro. A resina epóxi é de maior custo em comparação com as citadas anteriormente, porém possuem melhores propriedades mecânicas e melhor resistência à umidade. As resinas poliéster, viniléster e epóxi são classificadas como termofixas ou termorrígidas. Para uma grande escala de produção e produtos com requisitos de menor resistência mecânica, em geral, é utilizada polímeros termoplásticos como matriz (MARINUCCI, 2011, p. 23).

Algumas funções da matriz polimérica são: interligação entre as fibras, meio onde uma tensão externa aplicada é transmitida e distribuída às fibras, proteção das fibras contra danos superficiais (CALLISTER, 2000, p. 371).

2.4 Compósitos

Os compósitos são combinações de dois ou mais materiais, no qual resultam em propriedades finais melhores que os componentes isolados. São formados por uma fase contínua (matriz) e uma fase descontínua (reforço) (CALLISTER, 2000, p. 359). Marinucci (MARINUCCI, 2011, p.22) acrescenta na definição de compósito que as fases constituintes devem apresentar diferenças significativas nas propriedades físicas e químicas.

A necessidade de materiais com redução de peso e boa resistência mecânica em diversos projetos de Engenharia, fez com que os compósitos evoluíssem. Alguns projetos que confirmam o potencial dos compósitos são o Boeing 787, Airbus A-350 e pás eólicas para geração de energia (MARINUCCI, 2011, p.21).

Em materiais compósitos a resistência mecânica é influenciada pelo reforço e geometria, sendo assim, a Fig. 2.11 mostra um esquema de classificação dos compósitos baseado nesses aspectos.

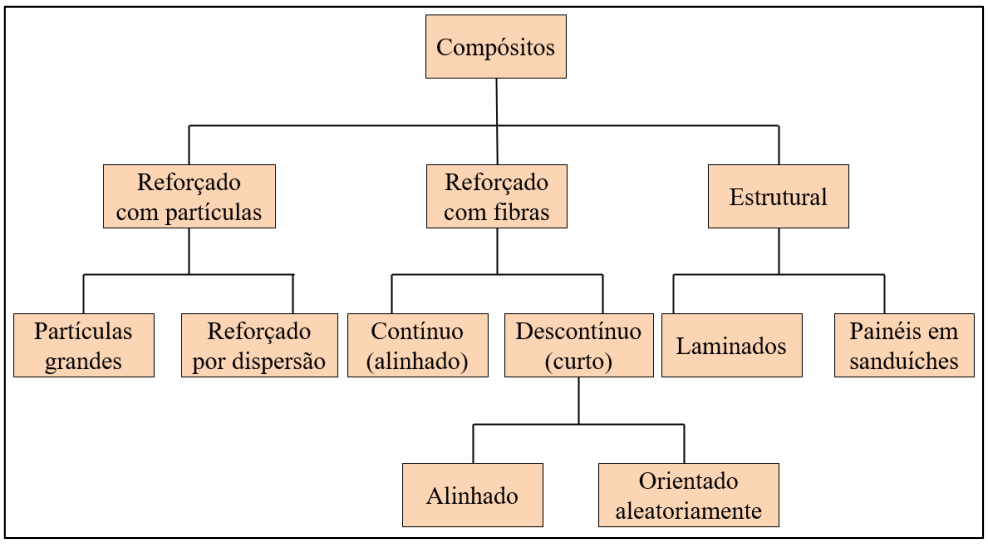


Figura 2.11 – Classificação dos materiais compósitos.

Fonte: Adaptado de (CALLISTER, 2000, p. 360) e (MARINUCCI, 2011, p.23).

2.5 Compósitos Reforçados com Fibras Naturais (CRFNs)

O uso de fibras naturais como reforço em compósitos está relacionado com a busca de matérias-primas sustentáveis e de baixo custo para Engenharia, com baixo impacto ao meio ambiente, e que tenha aspectos sociais e econômicos positivos (NETO; PARDINI, 2016, p.118). Diante disso, pesquisas e aplicações com CRFNs estão crescendo nos meios acadêmicos e industriais (BRAGA; MAGALHAES, 2015; GURUNATHAN; MOHANTY; NAYAK, 2015; LAU et al., 2018; MONTEIRO et al., 2011). Podem ser citados como exemplos de aplicações os equipamentos de proteção das indústrias esportivas, materiais ecológicos para a construção civil (telhas, tijolos), indústria automotiva (forros de porta, painéis), etc. (ZAH; LEAO; HISCHIER, 2007).

Das fibras naturais, as fibras vegetais vêm se destacando devido a diversas vantagens: baixa massa específica, baixo custo, são ecologicamente sustentáveis, estimulam empregos de muitas regiões e podem ser fornecidas em grandes quantidades (NETO; PARDINI, 2016; SAHU; GUPTA, 2017; TOMCZAK; SATYANARAYANA;

SYDENSTRICKER, 2007). Uma vantagem a mais das fibras vegetais é que em algumas aplicações não estruturais podem substituir fibras sintéticas (ex.: fibra de vidro) (WAMBUA; IVENS; VERPOEST, 2003).

Podem ser citadas como desvantagens e limitações do uso das fibras vegetais a variação das propriedades mecânicas (devido a idade e espécie da planta, situação do solo, clima e época da colheita), alta absorção de umidade, entre outros fatores (JUNIOR, 2017, p. 21 e 42) (NETO; PARDINI, 2016, p. 119). Para diminuir essas limitações existem métodos diferentes descritos na literatura: tratamentos químicos, combinações de polímeros, adição de nanopartículas e hibridização (SHESAN et al., 2019, p. 7-13).

2.6 Hibridização

A hibridização é a combinação de dois ou mais tipos diferentes de reforço numa matriz de um compósito. Esta tese foca na hibridização com duas fibras vegetais diferentes (fibra de um tipo e tecido de fibra de outro tipo) e matriz polimérica epóxi. Segundo Swolfs et al. (2014) a hibridização de fibras oferece um melhor equilíbrio nas propriedades mecânicas dos compósitos híbridos comparados com os compósitos não híbridos. De acordo com Velmurugan e Manikandan (2007) a hibridização possibilita ao engenheiro adaptar as propriedades do material pesquisado aos requisitos específicos de projeto. A Figura 2.12 mostra o efeito positivo da hibridização de fibras em compósitos.

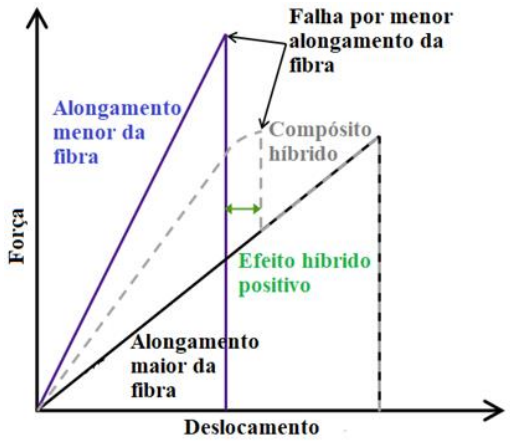
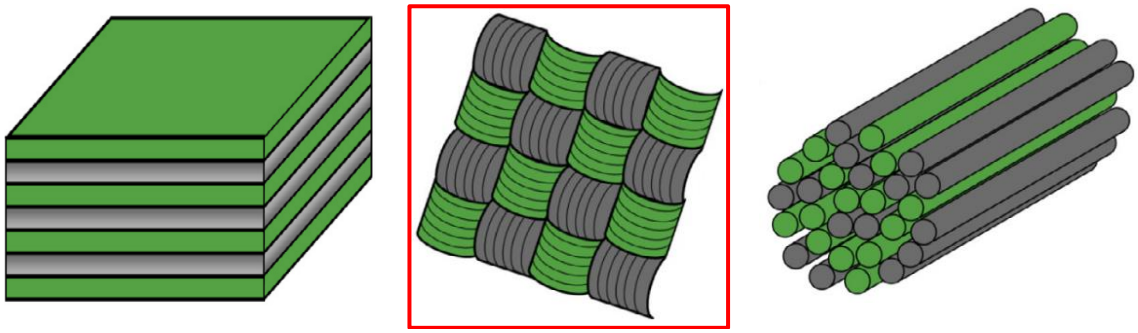


Figura 2.12 – Efeito da hibridização de fibras em compósitos.

Fonte: Adaptado de (SWOLFS; GORBATIKH; VERPOEST, 2014).

Swolfs et al. (2014) mostram em seu trabalho de revisão que o objetivo da hibridização com tipos diferentes de fibras é manter as vantagens, compensando as desvantagens das fibras. Um exemplo é num compósito substituir o reforço de fibras de carbono por fibras de vidro, reduz o custo e mantém as propriedades de flexão bem próximas. Outro exemplo é um compósito híbrido sendo solicitado por um esforço de tensão na direção das fibras, as fibras de menor alongamento (mais frágeis) se romperão primeiro do que as de maior alongamento (mais dúcteis) (Fig. 2.12). Ainda segundo Swolfs et al. (2014) as fibras de maior e menor alongamento podem ser combinadas para diversas aplicações. A Figura 2.13 mostra as 3 principais configurações de hibridização de fibras contínuas.



(a) (b) (c)

Figura 2.13 – Configurações para hibridização de fibras contínuas. (a) Interlaminar; (b) Intralaminar; e (c) *Intermingled*.

Fonte: Adaptado de (SWOLFS; GORBATIKH; VERPOEST, 2014).

Na configuração **interlaminar** cada camada do compósito é um tipo de fibra (Fig. 2.13-a), este é o método mais simples. Na **intralaminar** são costurados dois tipos de fibras em cada camada, ou seja, uma fibra contínua diferente costurada em um tecido de fibra (Fig. 2.13-b). Também podem ser combinadas fibras diferentes num *bundle*[2] que resulta o ***intermingled*** (Fig. 2.13-c).

Muitos pesquisadores investigaram os efeitos do método da hibridização nas propriedades mecânicas e térmicas de compósitos reforçados com diferentes tipos de fibras vegetais (i.e., banana, coco, curauá, juta, milho, palmeira, rami, *roselle*, sisal, etc.) ou fibras vegetais combinadas com fibras de vidro: (ALMEIDA et al., 2013),

[2] *Bundle* – "maço" de fibras.

(FERREIRA et al., 2019), (CAVALCANTI et al., 2019), (GIRIDHARAN, 2019), (CHEN et al., 2018), (BOOPALAN; NIRANJANAA; UMAPATHY, 2013), (PRASANNA VENKATESH; RAMANATHAN; SRINIVASA RAMAN, 2016), (ZHANG et al., 2013), (BRAGA; MAGALHAES, 2015), (RADZI et al., 2019), (ATIQAH et al., 2018), (ZIN; ABDAN; NORIZAN, 2019), (GUPTA; SRIVASTAVA, 2016), (GUPTA, 2018), (JARUKUMJORN; SUPPAKARN, 2009) e (NETO et al., 2019).

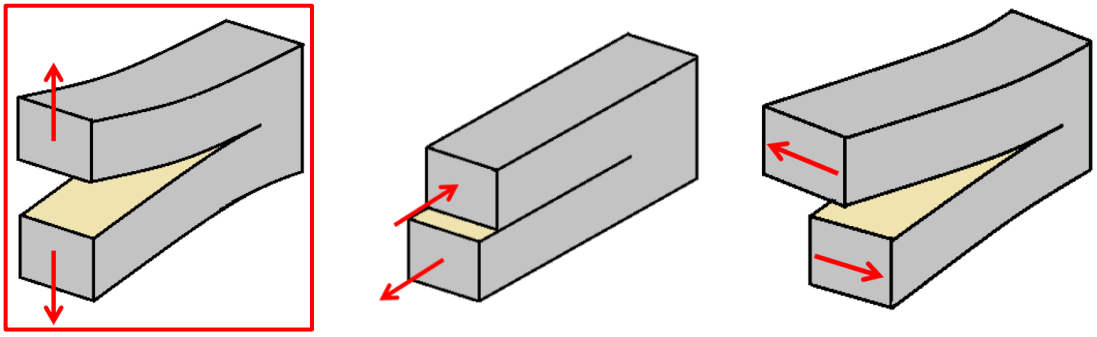
Almeida et al. (2013) mostraram que em compósitos de matriz poliéster híbridos nos quais a fibra de vidro foi trocada por fibra de curauá, tiveram resultados semelhantes em propriedades mecânicas tais como dureza e resistência ao impacto. Ferreira et al. (2019) investigaram as propriedades de compósitos de matriz epóxi híbridos de sisal/vidro com adição de micropartículas de sílica. Foi mostrado que no compósito com 4 camadas de sisal e 1 camada de vidro, a resistência à tração e flexão tiveram um aumento de aproximadamente 80% quando comparado ao compósito não-híbrido de sisal, ou seja, mostraram que é possível combinar sustentabilidade com baixo custo. Além disso, a adição de 5% de sílica melhorou o desempenho mecânico dos compósitos com maiores quantidades de fibras de sisal (5 camadas de sisal, e 4 camadas de sisal com 1 de vidro). Cavalcanti et al. (2019) estudaram o efeito da hibridização nas propriedades mecânicas das fibras de sisal e curauá costurados em tecido de juta em matriz epóxi. Eles mostraram que o método de hibridização aumentou as propriedades mecânicas. Nos compósitos juta + sisal e juta + curauá, a resistência à tração aumentou 68% e 77%, respectivamente, em comparação ao compósito não híbrido de juta. Giridharan (2019) avaliou o compósito de matriz epóxi híbrido de rami/vidro (20%/80% e 30%/70%) em ensaios de tração, flexão e impacto e encontraram que os compósitos híbridos na proporção de 30% fibras e 70% epóxi apresentaram melhores propriedades mecânicas do que os compósitos não híbridos. Chen et al. (2018) examinaram as propriedades mecânicas e de absorção de água em compósitos híbridos de matriz de PVC reforçadas com fibras de sisal e partículas do caule do milho usada como carga. Foi demostrado que a incorporação da fibra de sisal melhorou as propriedades mecânicas e teve pouco efeito no comportamento de absorção de água. Boopalan et al. (2013) estudaram o efeito da hibridização nas propriedades mecânicas e térmicas de compósitos epóxi híbridos reforçados com fibras de juta e banana em diferentes

porcentagens de fibra (100%/0%, 75%/25%, 50%/50%, 25%/75% e 0%/100% – juta e banana, respectivamente), realizando testes de tração, flexão, impacto e térmico. Foi demonstrado que a hibridização com fibra de banana em até 50%, melhorou as propriedades mecânicas e térmicas. Venkatesh et al. (2016) estudaram as propriedades mecânicas de compósitos híbridos com fibras de sisal e bambu em matriz poliéster. Foi demonstrado que a hibridização em até 50% de fibras de bambu, aumentou as propriedades mecânicas (tração, flexão e impacto). Zhang et al. (2013) estudaram o efeito da hibridização em compósitos com fibras de linho/vidro (vegetal + sintético). Verificou-se que aumentando o teor de fibras de vidro, a resistência à tração também aumenta. Foi demonstrado também que a sequência de empilhamento das camadas influencia no comportamento mecânico final. Braga e Magalhães (2015) estudaram o efeito da hibridização no comportamento mecânico em compósitos reforçados com fibras de juta/vidro e mostraram que o método da hibridização teve um efeito positivo nas propriedades mecânicas (tração, flexão e impacto).

Radzi et al. (2019) estudaram o efeito da hibridização nas propriedades térmicas em compósitos de fibra de *roselle* (espécie de Hibiscus) e palmeira de matriz poliuretano (75%/25%, 50%/50% e 25%/75% – *roselle* e palmeira, respectivamente). Foi demonstrado pela termogravimetria que os compósitos híbridos com maior teor de fibra de palmeira tiveram melhor estabilidade térmica. Zin et al. (2019) investigaram as propriedades mecânicas e térmicas de compósitos epóxi híbridos com base de tecido de vidro e reforçados com fibras de banana e abacaxi em diferentes porcentagens de fibras (30%, 40% e 50%). Foi demonstrado que o compósito de 40% teve o maior valor de resistência à flexão e oferecia uma temperatura ideal na degradação pela análise termogravimétrica. Gupta e Srivastava (GUPTA, 2018; GUPTA; SRIVASTAVA, 2016) estudaram as propriedades mecânicas e térmicas de compósitos epóxi híbridos reforçados com fibras de juta e sisal. Foi encontrado efeito positivo do método da hibridização para as propriedades mecânicas e térmicas. Os módulos de armazenamento, de perda e Tg foram maiores para o compósito híbrido com maior porcentagem de fibras de juta. Jarukumjorn e Suppakarn (2009) investigaram as propriedades térmicas de compósitos híbridos reforçados com fibras de vidro e sisal de matriz polipropileno com diferentes proporções de fibras. Foi encontrado que a temperatura de decomposição aumentou com o aumento do conteúdo de fibras de vidro

nos compósitos. Neto et al. (2019) investigaram o efeito da hibridização e tratamento superficial nas propriedades térmicas de compósitos epóxi reforçados com fibras de curauá, rami e sisal em tecido de juta. Verificou-se que os tratamentos superficiais melhoraram a estabilidade térmica dos compósitos.

As aplicações dos CRFNs ainda não são estruturais, porém para aumentar o campo de aplicações, outros testes devem ser feitos. Um dos danos que é bem crítico em compósitos é a falha por delaminação (HODGKINSON, 2000; PEREIRA, 2006). Para caracterizar a sensibilidade à delaminação em compósitos são realizados testes de modos de solicitação de trinca (modo I - abertura, modo II - cisalhamento no plano e modo III - cisalhamento fora do plano ou combinação desses modos). A Figura 2.14 mostra os modos de solicitação de trinca, dando destaque para o modo I utilizado nessa tese.



(a) modo I (b) modo II (c) modo III

Figura 2.14 – Modos de solicitação da trinca: (a) modo I, (b) modo II e (c) modo III.

Fonte: Produzido pelo autor, 2020.

O modo I é um dos mais usuais e tem pouco trabalho com CRFNs na literatura (MOORE, 2004). O ensaio *Double Cantilever Beam* (DCB) é o mais utilizado na caracterização da resistência à fratura em modo I e é objeto da norma ASTM D5528 (ASTM D5528, 1999). Exemplos na literatura de pesquisadores que investigaram compósitos reforçados com fibra de vidro, fibras vegetais e os efeitos da hibridização na resistência à fratura em modo I, utilizando a norma ASTM D5528 são: (PEREIRA et al., 2005), (REIS et al., 2020), (NASUHA; AZMI; TAN, 2017), (ALMANSOUR; DHAKAL; ZHANG, 2017), (CHEN et al., 2019) e (RAVANDI et al., 2016).

Pereira et al. (2005) investigaram a resistência à fratura em modo I de

compósitos epóxi reforçados com tecido multidirecionais de fibra de vidro usando a norma ASTM D5528 (ASTM D5528, 1999). Foram utilizados a Teoria das Vigas Corrigidas (TVC), três critérios diferentes na avaliação da resistência à fratura em modo I e corpos de prova com diferentes orientações no empilhamento dos laminados. Foi mostrado a partir dos ensaios DCB que os valores de G_{Ic} nos corpos de prova com orientação θ/-θ foram maiores do que os de orientação 0/0. Reis et al. (2020) investigaram os efeitos de diferentes taxas de deslocamentos no ensaio DCB (2, 20 e 200 mm/min) e diferentes espessuras (1,32; 3,3 e 6,6 mm) de compósitos reforçados com fibras de vidro de matriz poliuretano na G_{Ic}, usando a norma ASTM D5528. Foi demonstrado que a taxa de deslocamento e as espessuras têm influência nos valores de G_{Ic}, i.e., espessuras e taxas de deslocamento mais altas fornecem maiores valores para G_{Ic}.

Estudos na literatura focados na caracterização de fraturas de CRFNs ainda são limitados e é importante enfatizar que, até o momento da realização dessa tese, não existe uma norma específica para os testes de resistência à fratura em modo I dos CRFNs. As pesquisas encontradas utilizam a norma ASTM D5528. Nasuha et al. (2017) revisaram alguns trabalhos sobre resistência à fratura em modo I de compósitos reforçados com fibras vegetais e sintéticas (por exemplo: linho de matriz viniléster, juta silanizada de matriz epóxi, carbono de matriz epóxi, seda de matriz poliéster, vidro de matriz viniléster, etc.) usando diferentes quantidades de camadas e sequência de orientação para o empilhamento dos laminados. Foi observado que, à medida que o número de camadas aumenta, a rigidez e a resistência à fratura também aumentam. Almansour et al. (2017) estudaram o efeito da hibridização e absorção de água na resistência à fratura em modo I de compósitos reforçados com fibras de linho/basalto de matriz viniléster. Foi investigado três configurações de compósitos: fibra de linho puro, híbrido de fibras de linho + basalto sem e com costura (uma costura com fibra de algodão foi feita no início da pré-trinca na direção da espessura). Foi mostrado que o método de hibridização com fibra de basalto teve efeitos positivos na resistência à umidade e à fratura em modo I dos compósitos investigados. Chen et al. (2019) investigaram a resistência à fratura em modo I do bambu (compósito natural) em função de diferentes proporções de fibras (tiras de bambu retiradas de diferentes partes). Foi descoberto que o endurecimento intrínseco foi o principal mecanismo de endurecimento

do bambu quando submetido à fratura em modo I. No entanto, os mecanismos intrínsecos (são processos que agem na frente da trinca para aumentar a resistência à fratura. Ex.: caminho da trinca) e extrínsecos (são processos que agem atrás da trinca para resistir a abertura da trinca. Ex.: ponte de fibra) foram a causa do aumento da resistência à fratura em modo I, quando as tiras de bambu são mais finas e submetidas a uma trinca radial-longitudinal. Ravandi et al. (2016) investigaram os efeitos da costura com fibras de algodão e linho, nas direções da espessura e da trama, em compósitos epóxi de base de tecido de linho usando o teste DCB. Foi mostrado que a costura com algodão não melhorou significativamente G_{Ic}, porém G_{Ic} aumentou com a costura feita com fibra de linho e se mostrou um método promissor para melhorar a resistência à fratura de compósitos reforçados com fibras naturais.

Embora o efeito da hibridização nas propriedades mecânicas e térmicas de compósitos reforçados com fibras vegetais tenha sido investigado por vários pesquisadores, a maioria dos trabalhos concentra-se no reforço interlaminar. Para a caracterização de fraturas de CRFNs em modo I os trabalhos ainda são limitados na literatura e se concentra também em reforço interlaminar. Entretanto, o estado da arte desta tese é o estudo do efeito do método da hibridização intralaminar nas propriedades mecânicas, térmicas e na resistência à fratura em modo I de compósitos híbridos com reforços de fibras vegetais.

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Os tecidos bidirecionais (0º/90º) de sisal e juta, e as fibras de rami foram compradas da empresa Sisalsul (São Paulo, Brasil). As fibras de curauá foram fornecidas pela Universidade Federal Rural da Amazônia (UFRA, Amazônia, Brasil) e as fibras de vidro foram compradas da empresa *Barracuda Advanced Composites* (Rio de Janeiro, Brasil). A espessura do tecido de sisal e de juta são de aproximadamente 2,5 mm e de 0,8 mm, respectivamente, de acordo com a especificação do fornecedor. Para propriedades físicas, mecânicas e composição química ver as Tab. 2.3, Tab. 2.4 e Tab. 2.5, respectivamente. O tecido de sisal e o tecido de juta foram utilizados como fibra de reforço base nos compósitos para a primeira e segunda parte do trabalho, respectivamente. A Figura 3.1 mostra os tecidos bases e as fibras utilizadas nesta tese.

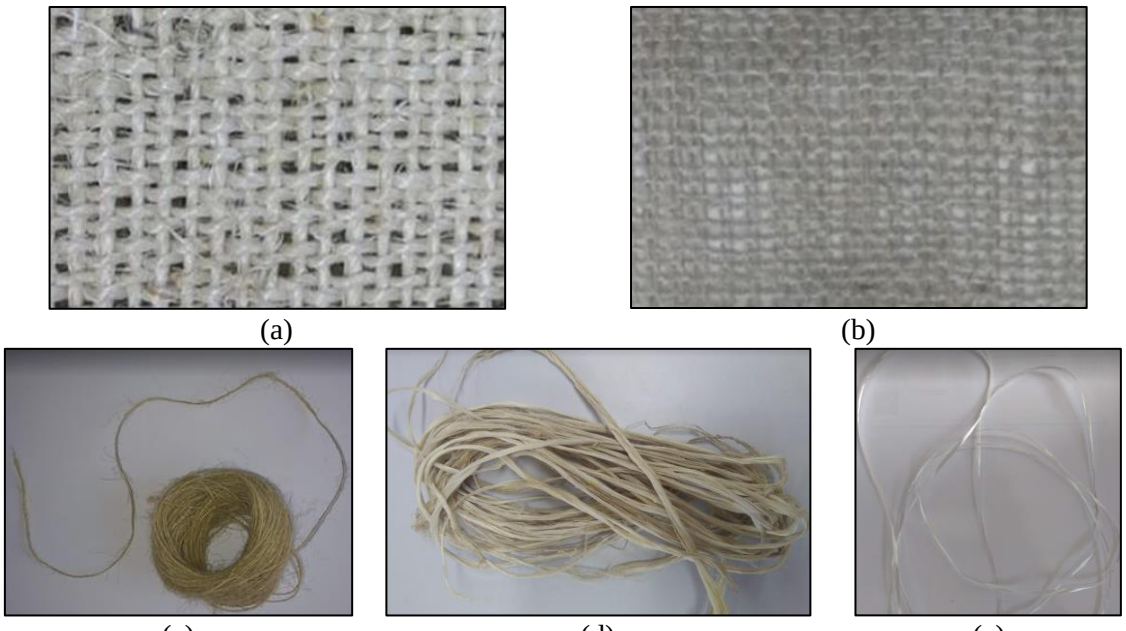


Figura 3.1 – Fibras: (a) tecido de sisal bidirecional; (b) tecido de juta bidirecional; (c) rami; (d) curauá; (e) vidro.

Fonte: Fotografias produzida pelo autor, 2019.

Uma resina epóxi bicomponente (AR-260/AH-260), comprada da empresa *Barracuda Advanced Composites* (Rio de Janeiro, Brasil), foi utilizada como matriz polimérica em todos os compósitos neste trabalho. A Figura 3.2 e a Tabela 3.1 mostram a resina epóxi e propriedades mecânicas, respectivamente.

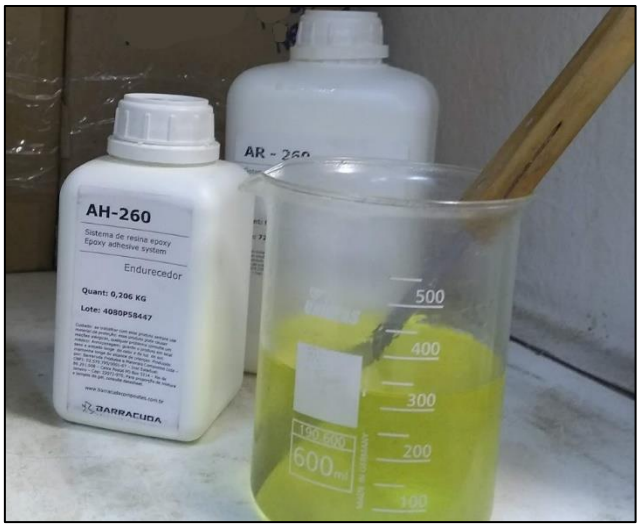


Figura 3.2 – Resina epóxi: AR-260 base / AH-260 endurecedor.

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

Tabela 3.1 – Propriedades mecânicas da resina epóxi AR-260/AH-260.

Massa específica (g/cm^3)	**Resistência a tração (MPa)**	**Módulo de elasticidade (GPa)**	**Deformação (%)**
1,15	28 ± 8,18	3,9 ± 0,13	10

Fonte: (LIMA, 2018).

3.2 Hibridização intralaminar

A hibridização consiste em adicionar dois ou mais tipos diferentes de reforços (fibras naturais ou sintéticas) em uma matriz. É descrito na literatura que as propriedades finais dos compósitos híbridos dependem de vários fatores, como propriedades mecânicas de cada fibra, orientação e comprimento da fibra na matriz, compatibilidade entre fibra e matriz, processamento e condições ambientais (SWOLFS;

GORBATIKH; VERPOEST, 2014), (SHESAN et al., 2019).

As fibras de reforço foram costuradas nos tecidos de sisal e juta (unidirecional, 0º), preenchendo os espaços vazios, a proporção foi de 60%/40% do tecido base bidirecional e das outras fibras, respectivamente. O compósito híbrido finalizado apresenta reforço longitudinal das demais fibras, na direção do esforço do ensaio de tração. Esta hibridização intralaminar apresenta uma configuração de tecelagem em sarja modificada para os compósitos laminados. Um desenho esquemático da configuração intralaminar, um exemplo típico do tecido bidirecional com reforço de outra fibra e a direção do corte dos corpos de prova podem ser vistos nas Fig. 3.3-a e Fig. 3.3-b.

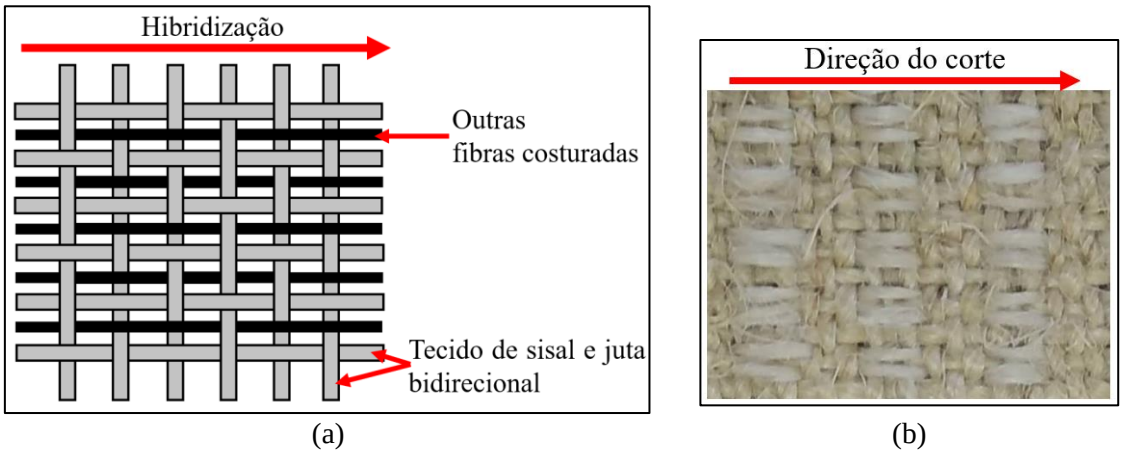


Figura 3.3 – (a) Desenho esquemático da configuração híbrida intralaminar e (b) Exemplo típico de tecido bidirecional com reforço e a direção do corte dos corpos de prova.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

3.3 Processo de fabricação dos compósitos

As fibras vegetais foram armazenadas em local seco e sem umidade antes da fabricação. Os compósitos foram fabricados por laminação manual (*hand lay-up*) utilizando um molde metálico fechado de dimensão 300 x 210 mm². A espessura do molde metálico é variável entre 3 a 9 mm. A cura foi realizada em uma prensa hidráulica com aquecimento Solab SL-12/20 (Piracicaba, São Paulo, Brasil), a 80°C por 6 h, do Laboratório de Adesivos e Compósitos (LADES) do Cefet/RJ *Campus* Maracanã. Os compósitos foram fabricados com uma proporção em peso de

aproximadamente 30% de fibras e 70% de resina. O epóxi AR-260/AH-260 foi utilizada na proporção de 100 partes de resina para 26 partes de endurecedor. A pressão aplicada foi de aproximadamente 30 MPa (10 ton) e teve o objetivo de diminuir os defeitos de vazios ou bolhas. A Figura 3.4 mostra a prensa hidráulica e o *setup* da pressão e temperatura utilizados na fabricação dos compósitos.



(a) (b)

Figura 3.4 – (a) Prensa hidráulica com aquecimento (Solab SL-12/20) e (b) *Setup* de temperatura e pressão.

Fonte: Fotografias produzida pelo autor, 2019.

Para a primeira etapa do trabalho (**Propriedades Mecânicas e Térmicas**) foram fabricados os seguintes compósitos: sisal (S), sisal + rami (S + R), sisal + curauá (S + C) e sisal + vidro (S + V), com duas camadas na laminação.

Para a segunda etapa do trabalho (**Sensibilidade à delaminação em modo I**) foram fabricados os seguintes compósitos: juta (J), juta + curauá (J + C), sisal (S) e sisal + curauá (S + C), com duas e quatro camadas na laminação para os de bases de sisal e de juta, respectivamente. Uma película de politetrafluoroetileno (PTFE) não adesiva de 80 µm foi utilizada para gerar a trinca inicial no meio dos compósitos laminados, de acordo com a espessura mínima recomendada pela norma ASTM D5528 (ASTM D5528, 1999). A Figura 3.5 mostra um exemplo da técnica de laminação manual e os instrumentos utilizados na fabricação dos compósitos.

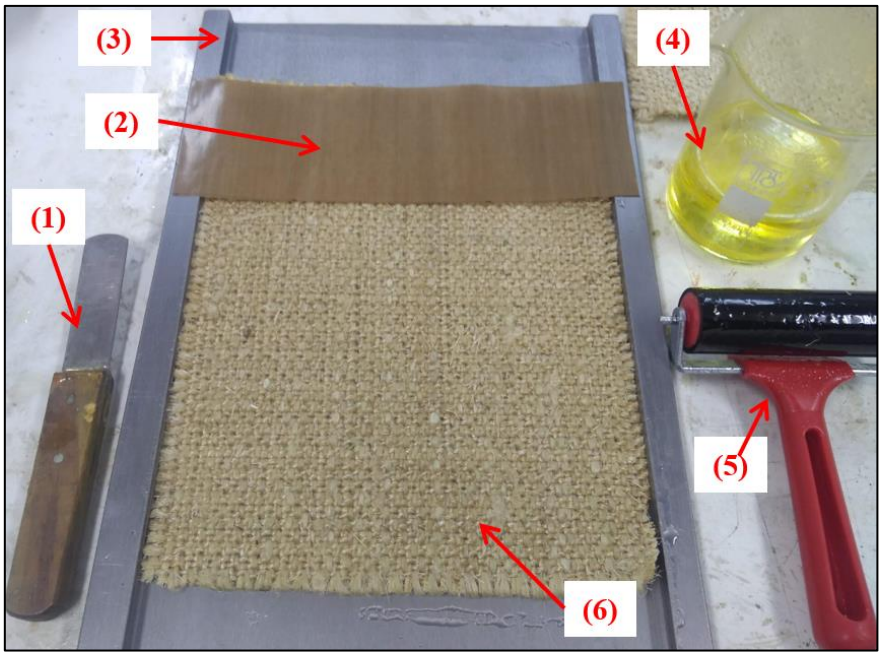


Figura 3.5 – Processo de laminação manual dos compósitos. (1) Espátula, (2) PTFE, (3) Molde metálico, (4) Resina epóxi, (5) Rolo laminador de borracha, e (6) Tecido bidirecional.

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

3.3 Caracterização mecânica

3.3.1 Correlação de Imagens Digitais (CID) e Ensaio de Tração

O extensômetro fixo em materiais frágeis na medição de deslocamentos, pode se danificar, devido ao corpo de prova fraturar sem aviso prévio. Um recurso do não uso do extensômetro é medir o deslocamento diretamente pela própria máquina de teste. No entanto, a elasticidade final do material testado pode ser não exata, porque o resultado final considera a elasticidade do corpo de prova testado e da elasticidade dos acessórios da máquina de teste (garras e barras) (HODGKINSON, 2000; SHARPE JÚNIOR, 2008).

Diante disso, surgem outros métodos de medição, um deles é a Correlação de Imagens Digitais (CID), que é um procedimento óptico-numérico capaz de determinar os campos de deslocamento por meio de um sistema que captura imagens das superfícies dos corpos de prova, além disso não tem contato com o material (SUTTON; ORTEU; SCHREIER, 2009). O método CID (*Digital Image Correlation* – DIC)

compara dois padrões de pontos obtidos antes e após o deslocamento do corpo de prova por meio de uma sequência de fotografias (CHOUSAL; DE MOURA, 2007). Esses padrões, também chamados de padrão *speckle*, são pequenos pontos aleatórios impressos nos corpos de prova. Podem ser pontos pretos num fundo branco ou pontos brancos num fundo preto. A impressão do padrão *speckle* são feitos com tinta em *spray*, caneta ou carimbos (SHARPE JÚNIOR, 2008, p.579).

Novas técnicas para o método CID têm sido pesquisadas com o objetivo de simplificar a metodologia. Gualtieri (2012) apresentou algumas técnicas simples de como fazer o padrão *speckle* para melhorar e otimizar a captura dos pontos nas imagens de corpos de prova. Muitos pesquisadores usam o método CID em testes de materiais frágeis, por exemplo, Silva et al. (2010) aplicaram o método CID para estudar o efeito de diferentes taxas de deformação no comportamento mecânico de compósitos de cimento reforçados com fibras de sisal. Foi mostrado que o compósito apresentou sensibilidade à taxa de deformação utilizando o método CID.

O *software* utilizado para tratar as imagens da medição foi o GOM Correlate (VTECH, 2020). Para medições de deslocamentos no plano (em 2D), a empresa *Vtech-Consulting* oferece uma versão gratuita para testes. Para as imagens digitais foi utilizado uma câmera digital de 13 Megapixel e um aplicativo gratuito, o *GonnyCam*, com uma obtenção de 2 fotos por segundo. A Figura 3.6 mostra o procedimento para a impressão do padrão *speckle*.

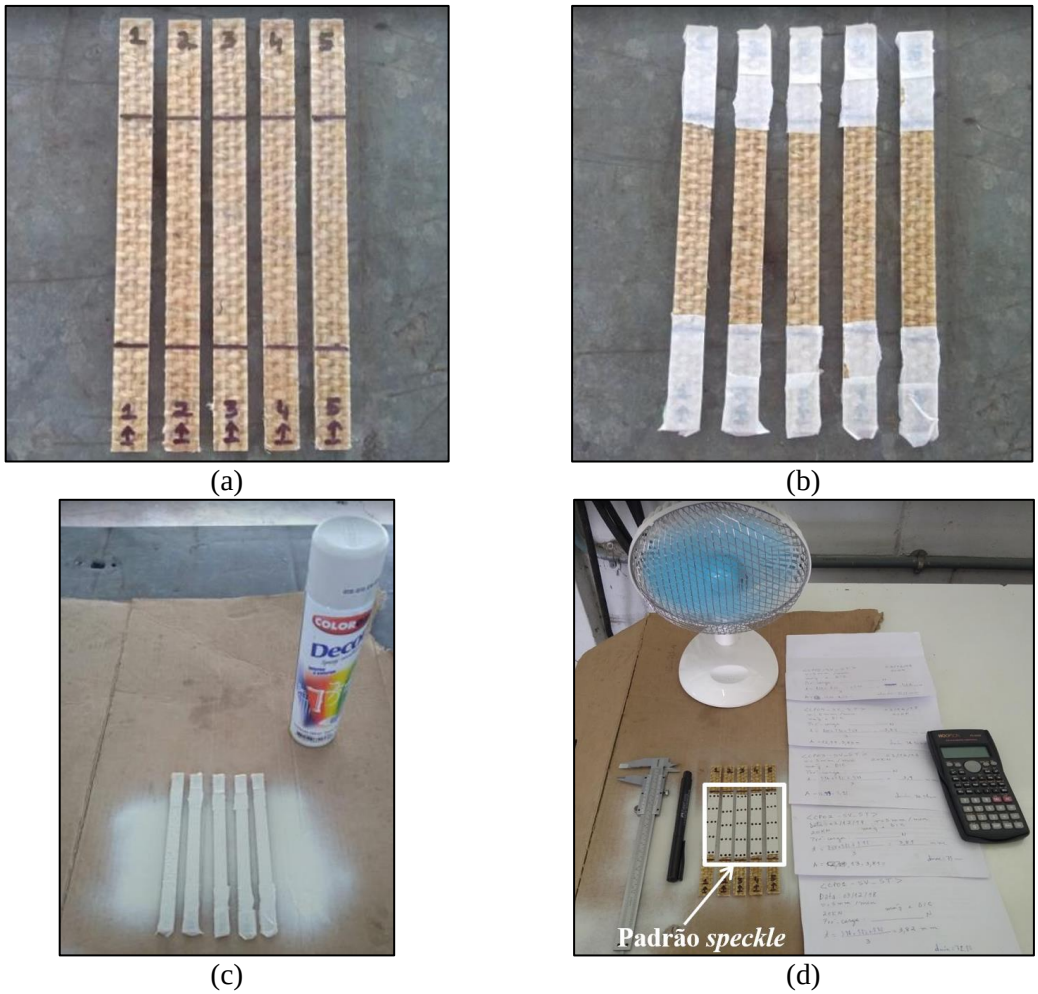


Figura 3.6 – Procedimento para fazer o padrão *speckle*.

Fonte: Fotografias produzida pelo autor, 2019.

A Figura 3.6 mostra: (a) a identificação dos corpos de prova e a direção de teste para o ensaio de tração, (b) isolamento com fita adesiva para proteção das áreas que não foram pintadas, (c) *spray* com tinta branca para a preparação do fundo para o padrão *speckle*, (d) ventilador para ajudar na secagem da tinta e padrão *speckle* dos pontos em cada corpo de prova. Além disso, foi feito a identificação em envelopes para rastrear a data do teste, quantidade de imagens em cada ensaio, médias da largura e espessura dos corpos de prova, velocidade do ensaio, célula de carga utilizada, valor da pré-carga, etc. A Figura 3.7 mostra um exemplo típico do tratamento das imagens de um corpo de prova utilizando o *software* GOM Correlate.

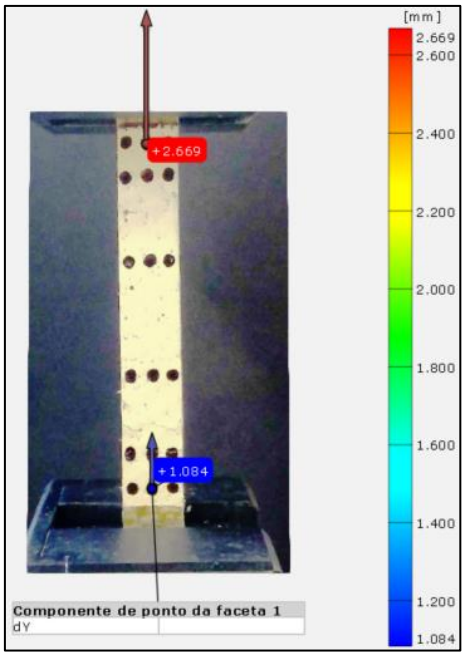


Figura 3.7 – Exemplo típico do tratamento das imagens na CID.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

Os testes de tração foram realizados de acordo com a norma ASTM D638 (ASTM D638, 2002), numa máquina de teste universal EMIC DL30000 (INSTRON, Paraná, Brasil) com célula de carga de 20 kN, disponível no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Cefet/RJ *Campus* Angra dos Reis. A velocidade de teste foi de 5 mm/min, de acordo com a norma ASTM D638 (ASTM D638, 2002). Para as medidas dos deslocamentos foi utilizado o método CID. Pelo menos 5 corpos de prova de dimensões 165 mm × 19 mm × 3 mm foram testados para cada tipo de compósito (S, S + R, S + C e S + V). Todos os testes foram realizados em temperatura ambiente e com 50% de umidade relativa.

Vale destacar que para ensaios de tração em compósitos podem ser utilizadas as normas ASTM D638 ou ASTM D3039. Sendo que a norma ASTM D638 é recomendada para compósitos de matriz epóxi com reforços de fibras e com módulo de elasticidade menor do que 20 GPa (ASTM D638, 2002). A Figura 3.8 mostra a configuração do teste experimental para o ensaio de tração.

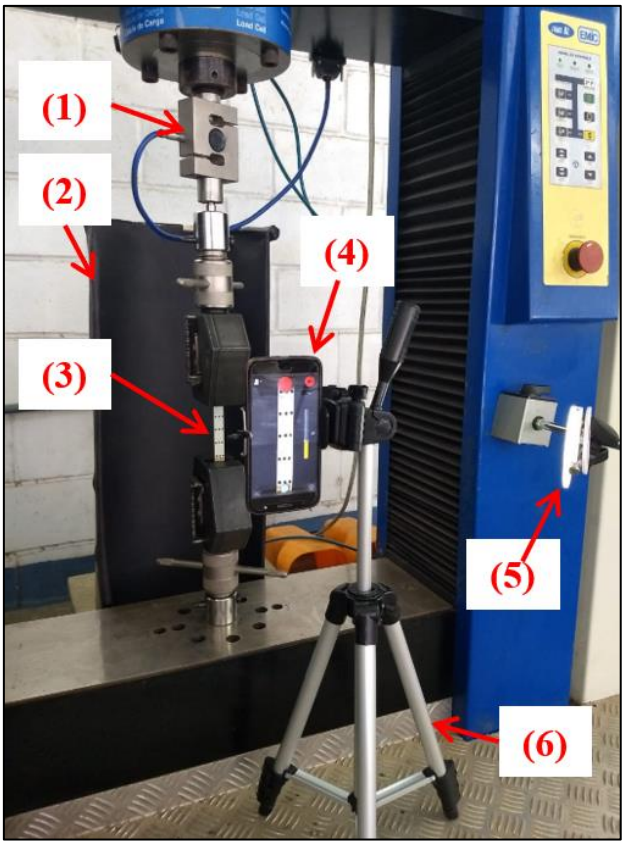


Figura 3.8 – Aparato experimental para os testes de tração.

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

A Figura 3.8 mostra o aparato experimental para os testes de tração na máquina universal EMIC DL30000, no qual: (1) célula de carga utilizada de 20 kN, (2) papelão preto para contrastar e não refletir luz atrás dos corpos de prova, (3) corpo de prova para o teste de tração, (4) câmera digital de 13 Megapixel, (5) iluminação e (6) pedestal.

3.3.2 Ensaio de flexão

O teste de flexão foi realizado de acordo com a norma ASTM D790 (ASTM D790, 2003), utilizando uma máquina de teste universal Instron® 5966 (Norwood, MA, EUA), disponível no LADES do Cefet/RJ *Campus* Maracanã. A velocidade do teste foi de 1 mm/min, de acordo com a norma ASTM D790 (ASTM D790, 2003) e foi utilizada uma célula de carga de 1 kN. Foram utilizados pelo menos 5 corpos de prova de dimensões 127 mm × 12,7 mm × 3 mm para cada tipo de compósito (S, S + R, S + C e S + V). O *span* (distância entre os apoios) utilizado foi de 104 mm (Fig. 3.9). A relação

span/espessura foi de aproximadamente 35. Os testes de flexão foram conduzidos em temperatura ambiente e com 50% de umidade relativa. Os corpos de prova não fraturaram e os testes foram interrompidos com 5% da deformação na flexão, de acordo com a norma ASTM D790. A resistência a flexão e o módulo de elasticidade a flexão foram determinadas utilizando as seguintes equações (3.1) e (3.2):

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2} \tag{3.1}$$

$$E_f = \frac{L^3 m}{4bd^3} \tag{3.2}$$

onde,

σ_f = tensão na flexão nas fibras das superfícies, MPa;

P = carga, N;

L = distância entre os apoios (*span*), mm;

b = largura do corpo de prova, mm;

d = espessura do corpo de prova, mm;

E_f = módulo de elasticidade na flexão, MPa;

m = inclinação da tangente da parte linear da curva carga-deflexão, N/mm.

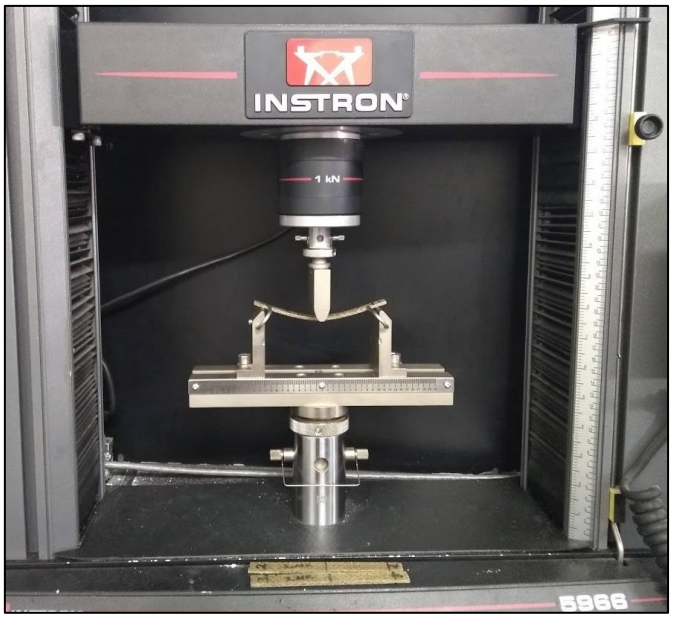


Figura 3.9 – Ensaio de flexão.

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

3.3.3 Ensaio de impacto

Os testes de impacto foram realizados de acordo com as normas ASTM D6110 (ASTM D6110, 2004) e ISO 179 (ISO 179, 2010), foram do tipo Charpy e sem entalhe, em temperatura ambiente e com 50% de umidade relativa, numa máquina INSTRON CEAST 9050 (INSTRON, Pianezza, Itália), disponível no Laboratório de Tecnologia de Polímeros (TECPOL) do Instituto Politécnico do Estado do Rio de Janeiro (IPRJ/ UERJ, Friburgo, Brasil), com um martelo com 5,4 J de energia potencial. Foram testados pelo menos 5 corpos de prova com dimensões de 110 mm × 12,7 mm × 3 mm para cada tipo de compósito (S, S + R, S + C e S + V). A Figura 3.10 mostra a máquina de impacto e o martelo utilizado nos testes.



(a) (b)

Figura 3.10 – (a) Máquina de impacto e (b) Martelo para o impacto.

Fonte: Fotografias produzidas pelo autor, 2019.

3.3.4 Análise da superfície fraturada: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As seções transversais fraturadas dos corpos de prova dos ensaios de tração e impacto (S, S + R, S + C e S + V) foram analisadas usando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) de alta resolução, FEI *Inspect*™, com uma aceleração de tensão de 20 kV, disponível no Centro de Caracterização em Nanotecnologia do Instituto Nacional de Tecnologia (CENANO/INT, Rio de Janeiro, Brasil). As superfícies fraturadas dos corpos de prova foram revestidas com uma camada de ouro.

3.5 Técnicas de análise térmica

Análises térmicas são técnicas que medem mudanças de propriedades físicas ou químicas de um material em função da temperatura ou tempo. Algumas técnicas são: Termogravimetria (TG/DTG), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Análise Térmica Diferencial (DTA), Análise Mecânica Térmica (TMA), Análise Mecânica Dinâmica (DMA), entre outras (MOTHÉ; AZEVEDO, 2009, p.19), (LEVER et al., 2014). A seguir são apresentadas as técnicas de análises térmica realizadas nesta tese.

3.5.1 Termogravimetria (TG) e Termogravimetria Derivada (DTG)

A análise TG/DTG foi realizada em um equipamento modelo NETZSCH TG 209F3 Tarsus, disponível no LADES do Cefet/RJ *Campus* Maracanã. As amostras foram testadas na faixa de temperatura de 30-600 ºC numa taxa constante de 10 ºC/min sob atmosfera de nitrogênio (N_2). Cada amostra dos compósitos (S, S + R, S + C e S + V) tinha aproximadamente 20 mg para as medições. A norma ASTM E1131 foi utilizada (ASTM E1131, 2008). A Figura 3.11 mostra o equipamento para a TG utilizado nesta tese.



Figura 3.11 – Equipamento TG modelo NETZSCH TG 209F3 Tarsus.

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

3.5.2 Calorimetria Exploratório Diferencial (DSC)

A análise DSC foi realizada em um equipamento modelo NETZSCH DSC 200F3 Maia, disponível no LADES do Cefet/RJ *Campus* Maracanã. O experimento foi conduzido numa taxa de aquecimento de 20 ºC/min (primeiro aquecimento), na faixa de temperatura de 30-500 ºC, com um fluxo de nitrogênio (N_2) de 50 mL/min. Cada amostra dos compósitos (S, S + R, S + C e S + V) tinha aproximadamente 20 mg para as medições. A norma ASTM D3418 foi utilizada (ASTM D3418, 2015). A Figura 3.12 mostra o equipamento para a DSC utilizado neste trabalho.



Figura 3.12 – Equipamento modelo NETZSCH DSC 200F3 Maia.

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

A seguir é descrito a metodologia utilizada para a segunda etapa do trabalho: Efeito da hibridização intralaminar na resistência à fratura em modo I para os compósitos S, S + C, J e J + C.

3.6 Ensaio *Double Cantilever Beam* (DCB)

O ensaio *Double Cantilever Beam* (DCB) é, atualmente, o mais aceito para caracterização da fratura em modo I (PEREIRA, 2006, p.9) (HODGKINSON, 2000) e foi realizado de acordo com a norma ASTM D5528 (ASTM D5528, 1999), usando uma máquina de ensaio universal AG-50kNG (Shimadzu, Tóquio, Japão), disponível no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Centro de Tecnologia e Automação Mecânica (TEMA) da Universidade de Aveiro, Portugal. O ensaio foi realizado em temperatura ambiente. A velocidade dos testes foi de 5 mm/min de acordo com a norma e foi utilizada uma célula de carga de 500 N. A trinca foi monitorada usando um vídeo extensômetro modelo ME46-Messphysik. Uma borda lateral do corpo de prova foi pintada com tinta de correção e algumas marcas foram feitas para facilitar o monitoramento da posição da trinca. Pelo menos cinco corpos de prova foram ensaiados para cada tipo de compósito (S, S + C, J e J + C). A geometria do corpo de prova (L = 125 mm, b = 20 mm, h = 3-5 mm e a_0 = 25 mm) e o aparato experimental para o ensaio

DCB são apresentadas nas Fig. 3.13 e 3.14.

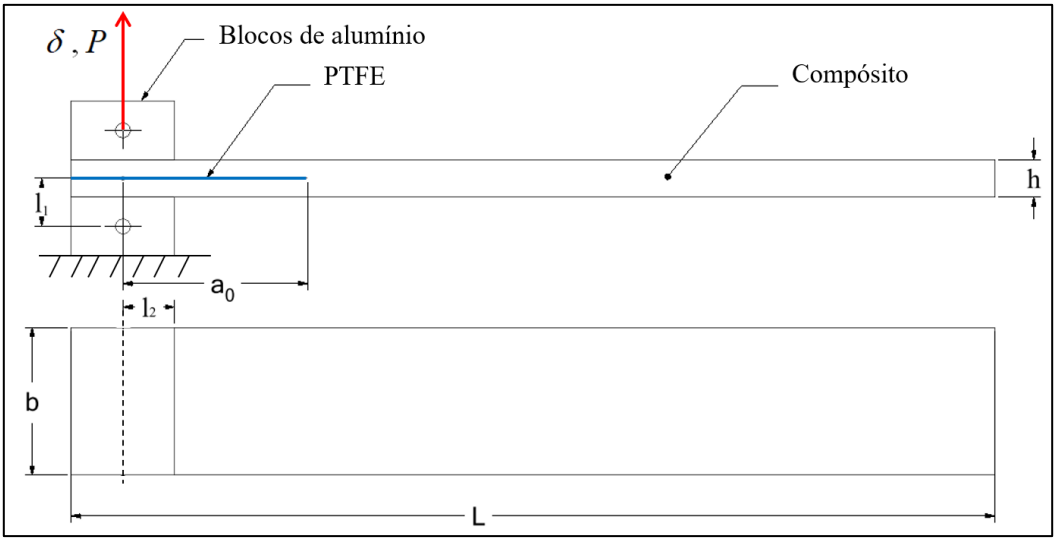


Figura 3.13 – Geometria do corpo de prova para o ensaio DCB.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

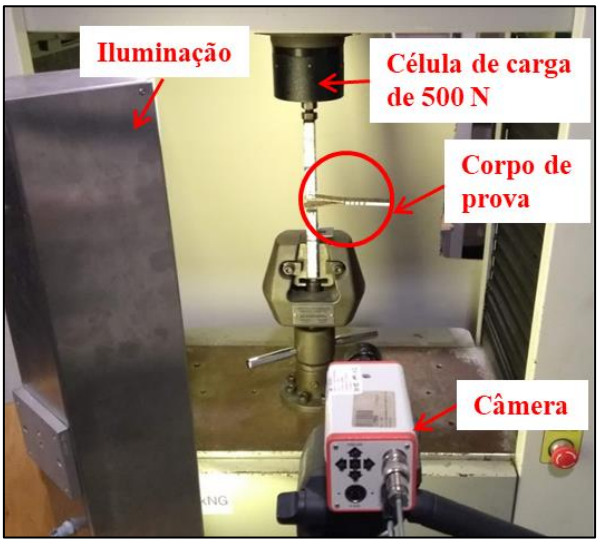


Figura 3.14 – Aparato experimental do ensaio DCB.

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

Para o cálculo da tenacidade a fratura em modo I (G_{Ic}) foi utilizada a Teoria das Vigas Corrigidas (TVC) e três critérios diferentes, observação visual (VIS), não linearidade (NL) e 5% de desvio ou carga máxima (5%/Max) (HODGKINSON, 2000) (ASTM D5528, 1999). G_{Ic} é uma medida da tenacidade à fratura em modo I e é adequado para materiais frágeis ou com pequena zona de plastificação

(HODGKINSON, 2000). Nesse contexto, tenacidade à fratura, representa a capacidade do material resistir à fratura ou propagação de trinca (HODGKINSON, 2000). A Figura 3.15 exemplifica os critérios utilizados.

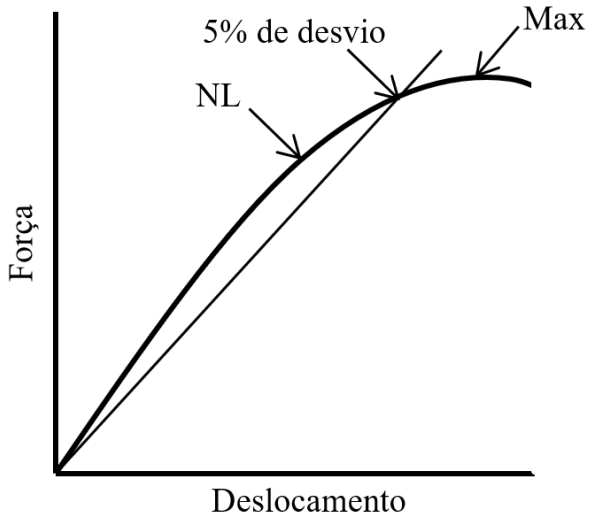


Figura 3.15 – Critérios utilizados para o cálculo da tenacidade a fratura em modo I.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

De acordo com a norma ASTM D5528 (ASTM D5528, 1999) para a TVC, tenacidade a fratura em modo I (G_{Ic}) é calculada usando as seguintes equações (3.3), (3.4) e (3.5):

$$G_{Ic} = \frac{3P\delta}{2b(a+|\Delta|)}\frac{F}{N} \tag{3.3}$$

$$F = 1 - \frac{3}{10}\left(\frac{\delta}{a}\right)^2 - \frac{3}{2}\left(\frac{\delta l_1}{a^2}\right) \tag{3.4}$$

$$N = 1 - \left(\frac{l_2}{a}\right)^3 - \frac{9}{8}\frac{\delta l_1}{a^2}\left[1 - \left(\frac{l_2}{a}\right)^2\right] - \frac{9}{35}\left(\frac{\delta}{a}\right)^2 \tag{3.5}$$

onde,

G_{Ic} = tenacidade a fratura em modo I, J/m²;

P = carga, N;

δ = deslocamento, mm;

b = largura do corpo de prova, mm;

a = comprimento da trinca, mm;

Δ = correção para a rotação e deslocamento da frente da trinca. Determinado experimentalmente a partir de uma análise de regressão linear de $(\delta/P)^{1/3}$ versus a, mm;

F = fator de correção para grande deslocamento, adimensional;

N = fator de correção devido ao aumento de rigidez provocado pelos blocos metálicos colados nos corpos de prova, adimensional;

l_1 = comprimento do centro do bloco metálico até h/2 do corpo de prova, mm;

l_2 = comprimento do centro a extremidade do bloco metálico, mm.

Em todos os cálculos, foi utilizada os valores de deslocamentos obtidos pela máquina de teste, dado a sua alta resolução (1 µm). No entanto, foi feito uma correção nos cálculos, devido a influência de rigidez dos acessórios da máquina de teste (garras e barras) (PEREIRA, 2006, p.191).

3.6.1 Análise da superfície fraturada: equipamento de raios-X (µCT)

A microtomografia computadorizada de raios-X são aquisições de projeções para uma amostra em diferentes ângulos. Essas projeções auxiliam na análise da morfologia das superfícies fraturadas e trincas. É um ensaio não destrutivo, não precisa de revestimentos na amostra e não utiliza vácuo (GOLDSTEIN et al., 2018).

A trinca e a forma de propagação no interior dos compósitos híbridos (J + C e S + C) foram observadas usando um equipamento de raios-X computadorizado (µCT) SkyScan-1275 (BRUKER, Zaventem, Bélgica), disponível no Laboratório de Nano Engenharia do Centro de Tecnologia e Automação Mecânica (TEMA) da Universidade de Aveiro, Portugal. Foi utilizada uma tensão elétrica de 63 kV e uma corrente de 158 µA. A Figura 3.16 mostra o equipamento de raios-X utilizado.

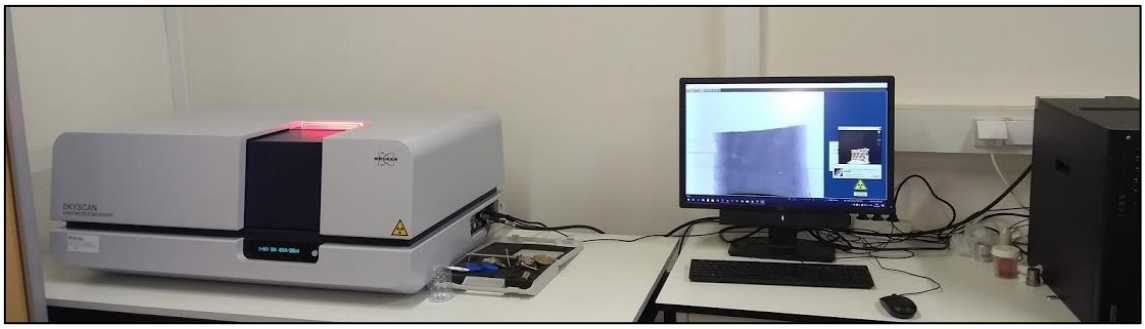


Figura 3.16 – Equipamento de raios-X (µCT).

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização mecânica

4.1.1 CID e Ensaio de Tração

As Figuras 4.1 (a, b, c e d) mostram curvas típicas de força *versus* deslocamentos medidos diretamente pela máquina de teste de tração e pelo método CID dos compósitos S, S + R, S + C e S + V.

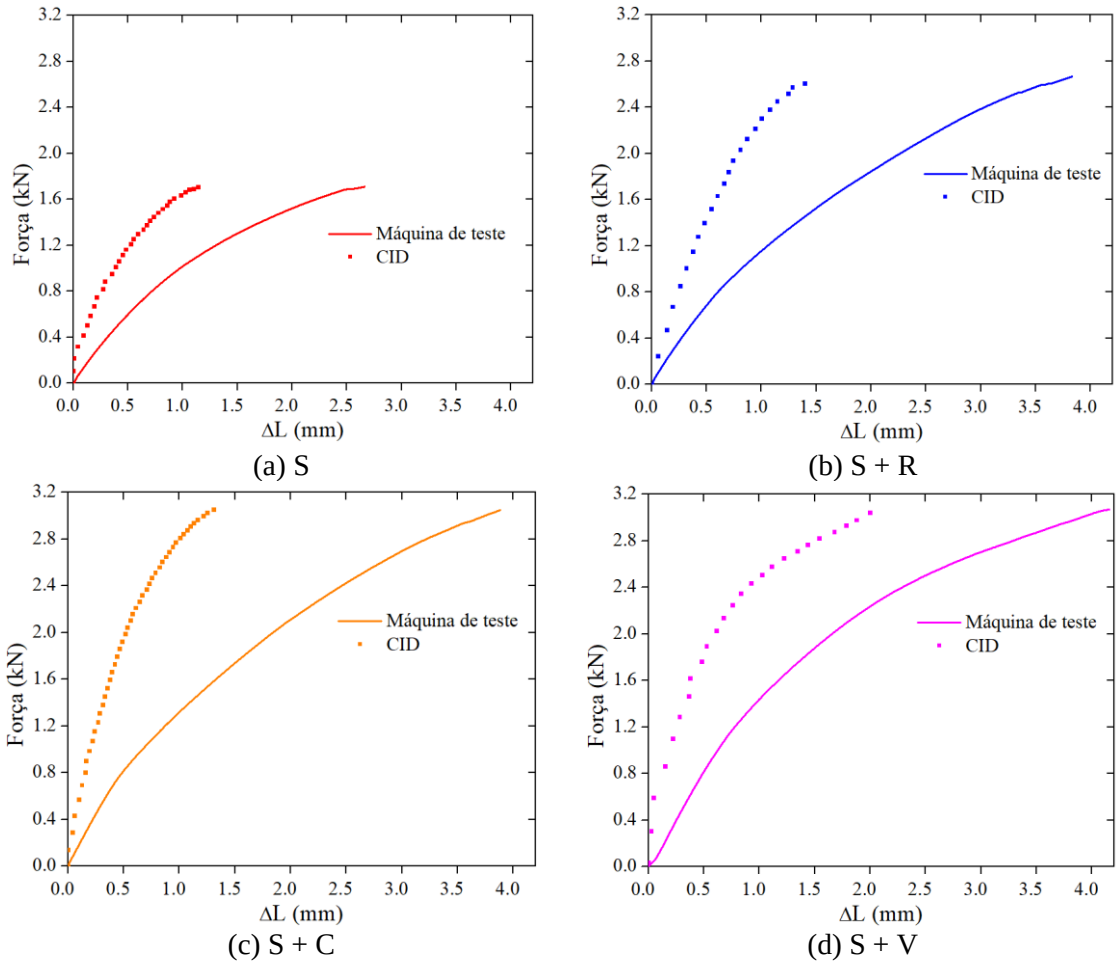


Figura 4.1 – Curvas Força × Deslocamento medidos diretamente pela máquina e CID: (a) S, (b) S + R, (c) S + C e (d) S + V.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

Nas curvas vistas das Fig. 4.1-a, 4.1-b, 4.1-c e 4.1-d, é possível notar que há uma diferença quando a força *versus* deslocamentos é registrada pelo método CID (sem contato com o corpo de prova) e nos resultados medidos diretamente pela máquina de teste. Como as inclinações das curvas são diferentes, isso implica que os módulos de elasticidade também serão diferentes em cada método de medição.

A razão para essa diferença de rigidez nas metodologias aplicadas, se deve ao fato de que, quando um corpo de prova é ensaiado numa máquina de tração sem a utilização de um extensômetro, a carga transmitida para o corpo de prova, também é transmitida para as barras e garras da máquina, portanto, o corpo de prova se deforma nos regimes elástico e plástico, enquanto na máquina somente no regime elástico (HODGKINSON, 2000; SHARPE JÚNIOR, 2008).

Fazendo uma analogia com molas, as barras e garras da máquina de tração, mais o corpo de prova são molas conectadas em série. Como o método de CID é uma técnica para medir o deslocamento de pontos no corpo de prova sem estar em contato diretamente, a medição acontece apenas para a deformação do corpo de prova, ou seja, o resultado do módulo de elasticidade do material testado é mais preciso (SHARPE JÚNIOR, 2008; SUTTON; ORTEU; SCHREIER, 2009).

Comparando as curvas das Fig. 4.1-a (S, compósito não híbrido) com os compósitos híbridos das Fig. 4.1-b (S + R), Fig. 4.1-c (S + C) e Fig. 4.1-d (S + V), é possível ver que quando uma outra fibra (vegetal ou sintética) é adicionada no tecido de sisal base, a resistência mecânica do compósito híbrido aumenta. A combinação de fibras vegetais que mais se aproximou do compósito com reforço vegetal-sintético (S + V) foi o S + C, ou seja, o reforço híbrido mais significativo foi com a fibra de curauá (Fig. 4.1-c e Fig. 4.1-d).

A Tabela 4.1 mostra os valores para o módulo de elasticidade e seus respectivos desvio padrão para a medição feita diretamente pela máquina e pelo método CID. A Figura 4.2 mostra um exemplo típico de um corpo de prova fraturado do ensaio de tração.

Tabela 4.1 – Módulo de elasticidade (GPa).

Compósitos	CID	Máquina	Diferença (%)
S	4,20 ± 0,61	1,11 ± 0,04	26,4
S + R	4,79 ± 0,60	1,29 ± 0,04	26,9
S + C	5,55 ± 1,01	1,55 ±0,04	27,9
S + V	6,30 ± 1,41	1,54 ± 0,12	24,4



Figura 4.2 – Exemplo de uma fratura num corpo de prova do ensaio de tração.

Fonte: Fotografia produzida pelo autor, 2019.

As curvas representativas de resistência a tração *versus* deformação verdadeira em função da hibridização intralaminar são mostradas na Fig. 4.3. Foram feitas a partir das medições pelo método de CID. Em seguida foram calculados os dados de tração, ou seja, resistência máxima de tração, módulo de elasticidade e deformação.

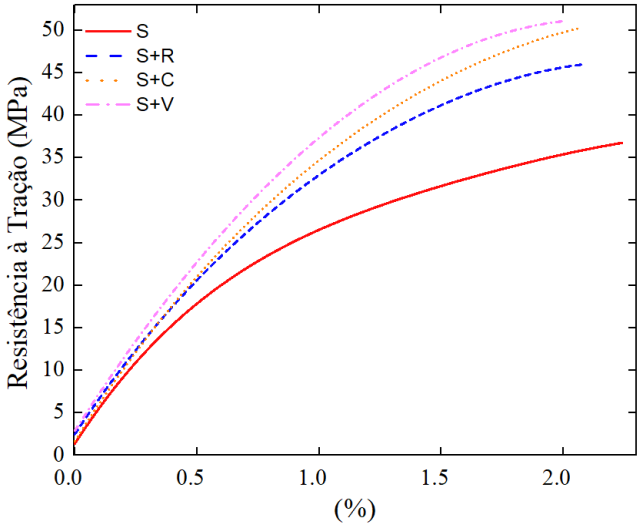


Figura 4.3 – Curvas típicas de resistência à tração × deformação verdadeira.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

As Figuras 4.4, 4.5 e 4.6 e a Tabela 4.2 apresentam os gráficos de barras do ensaio de tração e os valores obtidos dos compósitos estudados em função da hibridização intralaminar com respectivos desvios-padrões, i.e., resistência à tração, módulo de elasticidade e deformação. Pode-se observar que o processo de hibridização intralaminar melhorou as propriedades de tração de todos os tipos de compósitos híbridos (S + R, S + C e S + V) quando comparado ao compósito não híbrido de sisal (S).

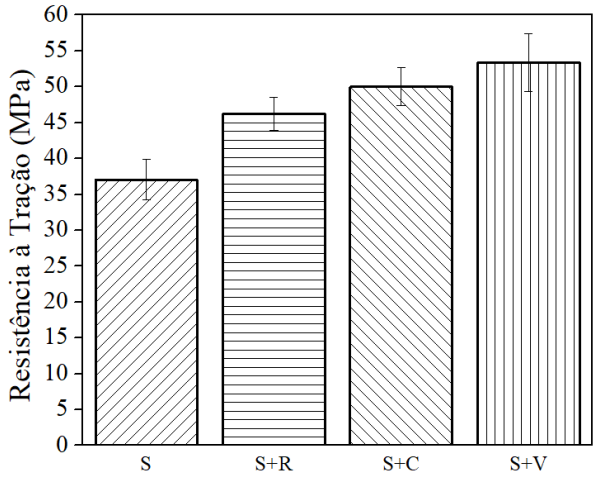


Figura 4.4 – Gráfico de barras da resistência à tração em função da hibridização.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

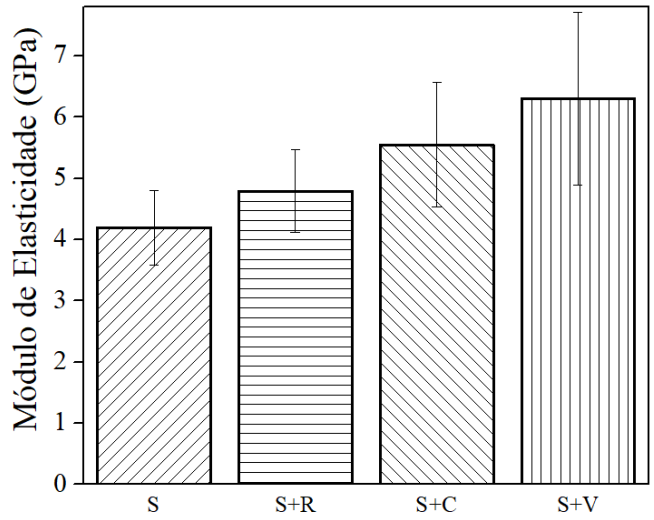


Figura 4.5 – Gráfico de barras do módulo de elasticidade na tração em função da hibridização.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

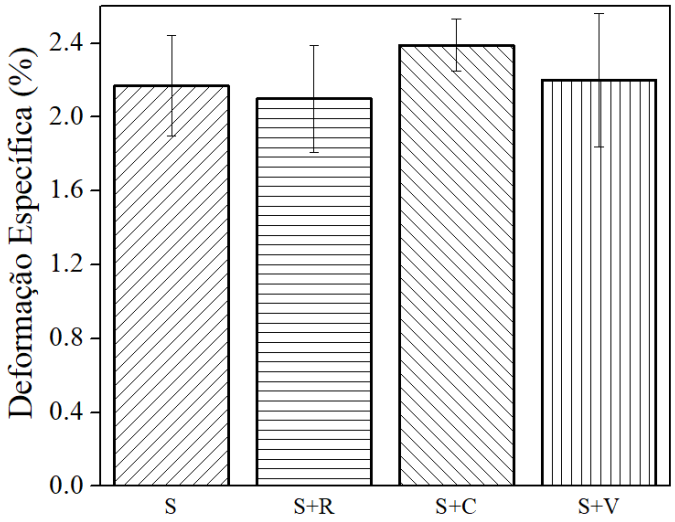


Figura 4.6 – Gráfico de barras da deformação na tração em função da hibridização.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

Tabela 4.2 – Dados do ensaio de tração.

Compósitos	**Resistência à tração (MPa)**	**Módulo de elasticidade (GPa)**	**Deformação (%)**
S	37,05 ± 2,78 (7,50%)	4,20 ± 0,61 (14,5%)	2,17 ± 0,27 (12,4%)
S+R	46,25 ± 2,27 (4,91%)	4,79 ± 0,60 (12,5%)	2,10 ± 0,29 (13,8%)
S+C	50,01 ± 2,62 (5,24%)	5,55 ± 1,01 (18,2%)	2,39 ± 0,14 (5,86%)
S+V	53,35 ± 4,04 (7,57%)	6,30 ± 1,41 (22,4%)	2,20 ± 0,36 (16,4%)

Por exemplo, a Fig. 4.4 mostra que a resistência à tração do compósito híbrido S + R aumentou 24,83% em comparação ao compósito não híbrido S, enquanto a resistência à tração dos compósitos S + C e S + V aumentou 34,98% e 43,99%, respectivamente. Deve-se notar pelo desvio padrão que o compósito S + C tem valor semelhante a resistência à tração do compósito S + V (50,01 ± 2,62 MPa e 53,35 ± 4,04 MPa). Os resultados estão de acordo com a literatura (CAVALCANTI et al., 2019), no qual a hibridização intralaminar em compósitos de base de tecido de juta também proporcionou uma melhora na resistência à tração. É sabido que, em compósitos híbridos, as propriedades mecânicas são principalmente dependentes do módulo de elasticidade e do alongamento na ruptura de cada fibra de reforço (FARUK et al., 2012; SWOLFS; GORBATIKH; VERPOEST, 2014). As propriedades mecânicas das fibras (i.e., resistência à tração, módulo de elasticidade e alongamento) não estão relacionadas apenas à composição química da fibra, mas também à sua estrutura interna (KIM; MAI, 1998). Lima et. al (2020) em estudo recente de ensaio de fibra única, encontrou o valor de resistência à tração da fibra de rami (Tab. 2.4, 212,32 ± 7,28 MPa) menor do que para a fibra de curauá (Tab. 2.4, 1930 ± 249,5 MPa). Isso pode explicar a menor melhora para a resistência à tração do compósito híbrido S + R em comparação com o compósito não híbrido de S.

Semelhante à resistência à tração, o módulo de elasticidade dos compósitos estudados aqui também foi afetado pelo método da hibridização intralaminar (Fig. 4.5). O módulo de elasticidade aumentou aproximadamente 14,01% para S + R, aproximadamente 32,14% para S + C e 50,00% para compósitos S + V quando comparado ao compósito não híbrido de S. Pode-se observar que, o valor do módulo de

elasticidade do compósito S + V é maior do que dos outros compósitos estudados neste trabalho. Esse maior valor encontrado para o módulo de elasticidade do compósito híbrido S + V (vegetal-sintético) pode ser explicado pelo valor do módulo de elasticidade da fibra de vidro comparado com as fibras vegetais (Tab. 2.2 e 2.4) e pelo fato das fibras sintéticas terem as propriedades mais estáveis do que as fibras naturais.

A deformação dos compósitos híbridos também foi afetada pelo método de hibridização intralaminar (Fig. 4.6). Sabe-se que, em um compósito híbrido, a falha total está diretamente relacionada à ruptura individual de cada fibra (MISHRA et al., 2003) e é mostrado na literatura que a deformação da fibra de vidro (2,5%) é menor em comparação à fibra de curauá (Tab. 2.4: 3,94 ± 0,60 %) (LIMA et al., 2020; TOMCZAK; SATYANARAYANA; SYDENSTRICKER, 2007; WAMBUA; IVENS; VERPOEST, 2003), o que pode explicar o menor valor de deformação do compósito híbrido S + V em comparação com o S + C. Esses resultados estão de acordo com a literatura, no qual o efeito da hibridização melhora as propriedades mecânicas de compósitos (BRAGA; MAGALHAES, 2015; CAVALCANTI et al., 2019; PRASANNA VENKATESH; RAMANATHAN; SRINIVASA RAMAN, 2016; SHESAN et al., 2019).

Do ponto de vista estatístico é importante observar das Fig. 4.4, Fig. 4.5, Fig. 4.6 e Tab. 4.2 que não houve uma grande diferença estatística (média e desvio-padrão), i.e., a hibridização intralaminar melhorou as propriedades de tração para todas as fibras de reforço (R, C e V). Nesse sentido, a escolha entre as fibras de reforço, depende do tipo de aplicação onde o CRFN irá atuar.

Na Tabela 4.2 ao lado dos valores de resistência à tração, módulo de elasticidade e deformação, são apresentados o coeficiente de variação. O cálculo é feito através da divisão entre o desvio-padrão sobre a média. É uma medida que analisa a dispersão dos dados, i.e., quanto menor for o coeficiente de variação, menor é a dispersão em torno da média e mais homogêneos são os dados. Nesse sentido, os dados mais homogêneos para resistência à tração foram S + R, S + C, S e S + V, nesta ordem. Os dados mais homogêneos para módulo de elasticidade foram S + R, S, S + C e S + V, nesta ordem. Os dados mais homogêneos para deformação foram S + R, S, S + C e S + V, nesta ordem. E por fim, os dados mais homogêneos para deformação foram S + C, S, S + R e S + V, nesta ordem.

4.1.2 Ensaio de flexão

As curvas representativas de resistência a flexão *versus* deformação em função da hibridização intralaminar são mostradas na Fig. 4.7.

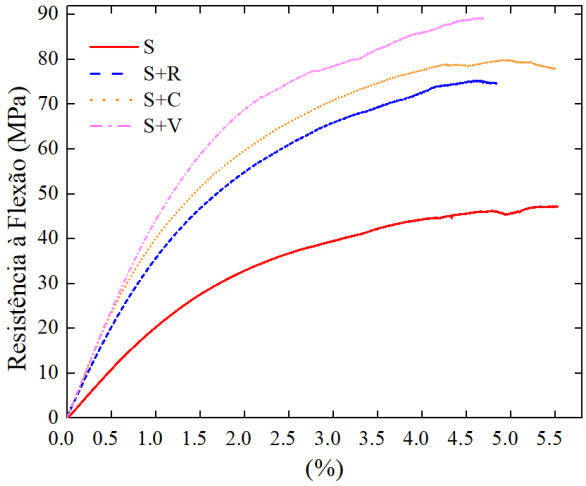


Figura 4.7 – Curvas típicas de resistência à flexão × deformação em função da hibridização.

Fonte: Produzido pelo autor, 2020.

As Figuras 4.8, 4.9 e a Tabela 4.3 apresentam os valores obtidos nos ensaios de flexão em função da hibridização intralaminar. De acordo com o ASTM D790 (ASTM D790, 2003), os testes foram interrompidos dentro de 5% da deformação de flexão, quando os corpos de prova não falharam para este limite. Pode-se constatar que a resistência à flexão dos compósitos aumentou com a incorporação das fibras de rami, curauá e vidro no compósito não híbrido de sisal. Sabe-se que, nos testes de flexão, vários mecanismos como tensão, compressão e cisalhamento ocorrem simultaneamente (HODGKINSON, 2000). Em geral, as propriedades de flexão dos compósitos são determinadas principalmente pelas propriedades de compressão da camada superior e pelas propriedades de tração da camada inferior do compósito (HODGKINSON, 2000; MISHRA et al., 2003; ORNAGHI et al., 2011).

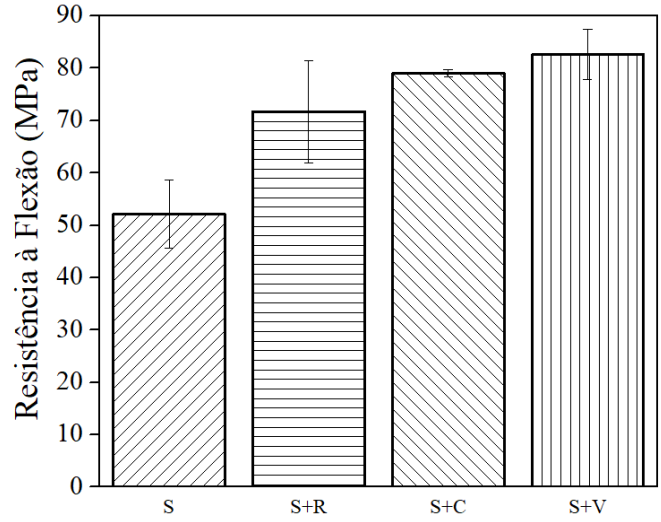


Figura 4.8 – Gráfico de barras da resistência à flexão em função da hibridização.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

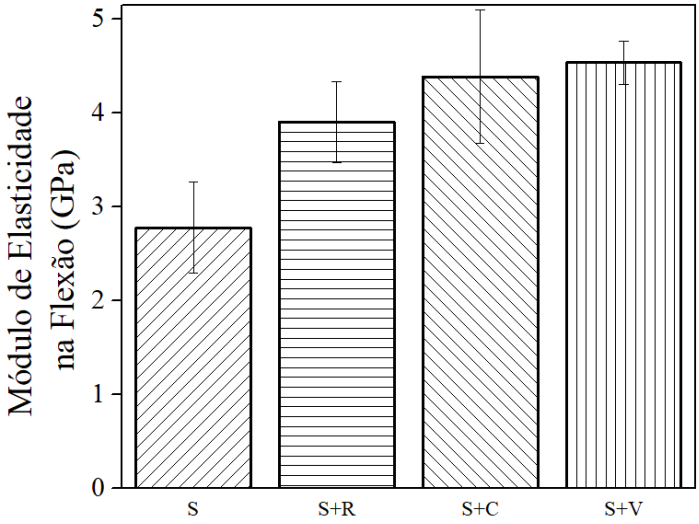


Figura 4.9 – Gráfico de barras do módulo de elasticidade na flexão em função da hibridização.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

Tabela 4.3 – Dados do ensaio de flexão.

Compósitos	**Resistência à flexão (MPa)**	**Módulo de elasticidade na flexão (GPa)**
S	52,1 ± 6,44 (12,4%)	2,78 ± 0,49 (17,6%)
S+R	71,8 ± 9,80 (13,6%)	3,91 ± 0,43 (11,0%)
S+C	79,0 ± 0,74 (0,94%)	4,39 ± 0,71 (16,2%)
S+V	82,6 ± 4,77 (5,77%)	4,54 ± 0,23 (5,10%)

A Figura 4.8 mostra que a resistência à flexão do compósito híbrido S + R aumentou aproximadamente 37,81% em comparação ao compósito não híbrido de sisal, enquanto os compósitos híbridos S + C e S + V aumentaram aproximadamente 51,63% e 58,54%, respectivamente. Como esperado, o compósito S + V apresentou o maior valor para a resistência à flexão (82,6 ± 4,77 MPa), o que é explicado pela melhor adesão da fibra sintética às matrizes epóxi (KIM; MAI, 1998). Cavalcanti et al. (2019) também relatou em sua investigação que para o compósito híbrido intralaminar de juta + vidro (vegetal-sintético) teve o maior valor de resistência à flexão, comparado aos compósitos híbridos intralaminares de juta + sisal e juta + curauá (vegetal-vegetal).

A Figura 4.9 mostra que o módulo de elasticidade na flexão também foi afetado pelo método da hibridização. O módulo de elasticidade na flexão do compósito híbrido S + R aumentou aproximadamente 40,64% em comparação ao compósito não híbrido de S, enquanto os compósitos híbridos S + C e S + V aumentaram aproximadamente 57,91% e 63,31%, respectivamente.

Idem as propriedades de tração, a hibridização intralaminar também melhorou as propriedades de flexão para todas as fibras de reforço. Também do ponto de vista estatístico, não houve uma grande diferença estatística (ver Fig. 4.8, Fig. 4.9 e Tab. 4.3).

O coeficiente de variação da Tab. 4.3 mostra que os dados mais homogêneos para resistência à flexão foram S + C, S + V, S e S + R, nesta ordem. Os dados mais homogêneos para módulo de elasticidade na flexão foram S + V, S + R, S + C e S + V, nesta ordem.

4.1.3 Ensaio de impacto

A Figura 4.10 e a Tabela 4.4 apresentam os valores obtidos nos ensaios de impacto em função da hibridização intralaminar. É sabido que a resistência ao impacto depende das propriedades das fibras individuais usadas na fabricação dos compósitos híbridos intralaminares e também da adesão fibra-matriz (HODGKINSON, 2000; KIM; MAI, 1998).

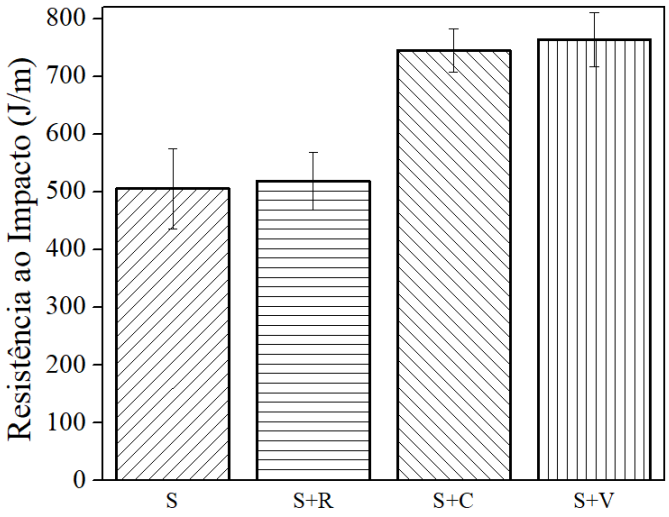


Figura 4.10 – Resistência ao impacto em função da hibridização.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

Tabela 4.4 – Dados do ensaio de impacto.

Compósitos	**Resistência ao Impacto (J/m)**
S	506,1 ± 69,40 (13,7%)
S+R	519,2 ± 50,26 (9,68%)
S+C	745,4 ± 37,54 (5,04%)
S+V	763,7 ± 46,81 (6,13%)

Para os compósitos híbridos S + C, foi observado um aumento na resistência ao impacto de aproximadamente 47,28%, enquanto para o S + V foi observado um aumento de aproximadamente 50,90%, quando comparado ao compósito não híbrido de S (Fig. 4.10). Ramesh et al. (2014) também investigaram o efeito do método da

hibridização em compósitos de juta + vidro, sisal + vidro e juta + sisal + vidro, em ensaios de impacto Charpy. Foi mostrado que a inclusão de fibras vegetais de juta e sisal melhoram as propriedades de impacto. Outro resultado semelhante encontrado na literatura por Cavalcanti et al. (2019), mostra que a resistência ao impacto dos compósitos híbridos de base juta com reforço de sisal e curauá (vegetal-vegetal) apresentaram valores próximos aos compósitos híbridos de base juta com reforço de fibra de vidro (vegetal-sintético).

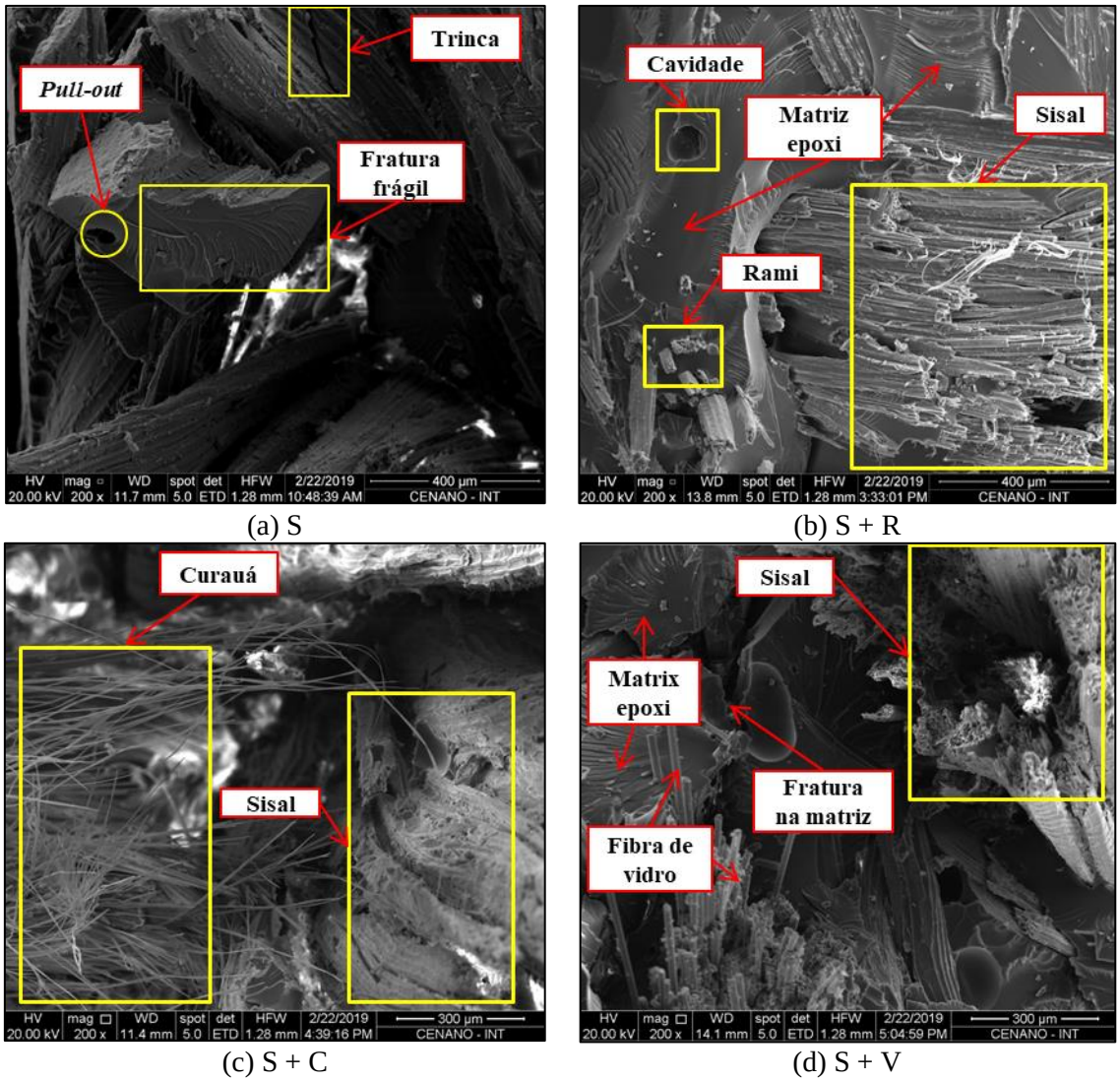
Ainda na Fig. 4.10, o compósito híbrido S + R não teve um aumento significativo na resistência ao impacto (2,59%) quando comparado ao compósito não híbrido de S (Fig. 4.10). Isso pode ser explicado pelo fato de que a resistência ao impacto depende das propriedades das fibras individuais usadas na fabricação dos compósitos híbridos intralaminares (KIM; MAI, 1998; PAPA et al., 2018). Em estudo recente, Lima et al. (2020) mostraram em ensaios de fibras únicas que a resistência à tração para a fibra de rami foi de 212,38 MPa, enquanto que para a fibra de sisal foi de 398,48 MPa (ver Tab. 2.4). Foi mostrado que o diâmetro da fibra de rami (95 ± 5 μm) é bem menor em comparação com a fibra de sisal (150 ± 1 μm), o que pode explicar o não aumento significativo na resistência ao impacto do S + R, em comparação com os demais compósitos (ver Fig. 4.10).

Idem as propriedades de tração e flexão, a hibridização intralaminar também melhorou as propriedades de impacto para todas as fibras de reforço. Do ponto de vista estatístico, não houve uma grande diferença estatística entre os compósitos de S comparado com S + R, e entre os compósitos de S + C comparado com o S + V (ver Fig. 4.10 e Tab. 4.4).

O coeficiente de variação da Tab. 4.4 mostra que os dados mais homogêneos para resistência ao impacto foram S + C, S + V, S + R e S, nesta ordem.

4.2 Análise da superfície fraturada: MEV

Micrografias MEV das superfícies fraturadas dos ensaios de tração (Fig. 4.11) e impacto (Fig. 4.12) foram obtidas para analisar a interação matriz-fibra e o comportamento da fratura.



(a) S (b) S + R

(c) S + C (d) S + V

Figura 4.11 – Micrografias MEV das superfícies fraturadas do ensaio de tração em função da hibridização: (a) S; (b) S + R; (c) S + C e (d) S + V.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

A Figura 4.11 mostra as superfícies das fraturas dos corpos de prova do ensaio de tração em função da hibridização intralaminar. Pode-se observar fratura frágil da matriz epóxi (Fig. 4.11-a, 4.11-b e 4.11-d) e rompimento das fibras perto da matriz (Fig. 4.11-b e 4.11-d). Sabe-se que a fratura de fibras é comum em compósitos com forte ligação interfacial da fibra-matriz (KIM; MAI, 1998). Pode-se observar também que algumas fibras foram arrancadas pelo mecanismo de *pull-out*, o que pode indicar a falta de adesão da fibra naquela região da matriz epóxi (Fig. 4.11-a). Algumas bolhas, vazios, cavidades e trincas também podem ser observados.

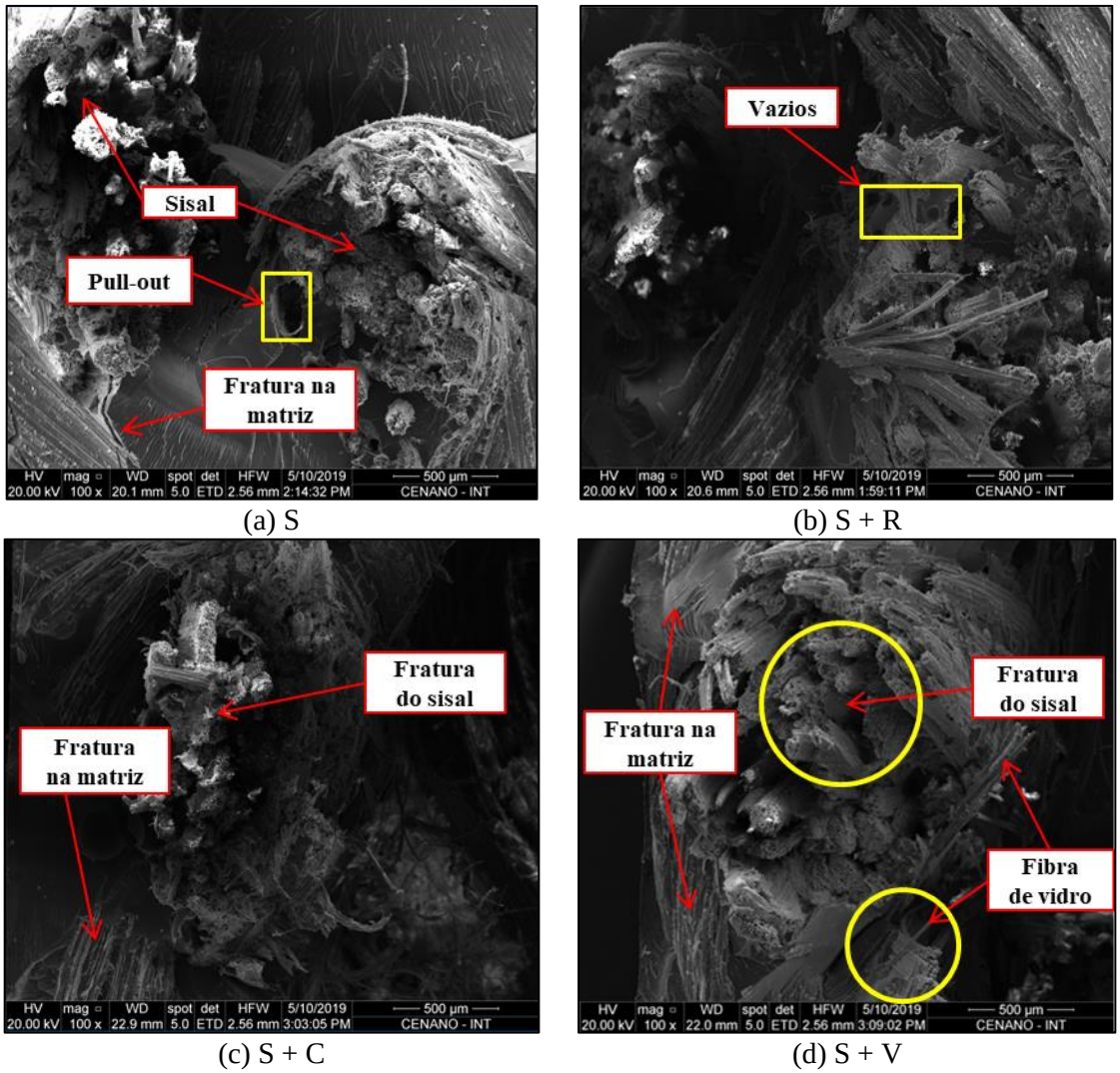


Figura 4.12 – Micrografias MEV das superfícies fraturadas do ensaio de impacto em função da hibridização: (a) S; (b) S + R; (c) S + C e (d) S + V.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

A Figura 4.12 apresenta as superfícies das fraturas dos corpos de prova do ensaio de impacto em função da hibridização intralaminar. Sabe-se que a energia de impacto é dissipada por descolamento, fratura da fibra e/ou da matriz e pelo mecanismo de *pull-out*. A fratura da fibra dissipa menos energia em comparação com o *pull-out* (KIM; MAI, 1998). As micrografias MEV mostram evidências de fratura da fibra e alguns vazios podem ser vistos na matriz epóxi, devido ao arrancamento da fibra. O mecanismo de *pull-out* é um sinal de uma ligação fraca, enquanto a fratura das fibras é comum em compósitos com forte ligação interfacial (KIM; MAI, 1998).

4.3 Análise térmica

4.3.1 TG / DTG

A termogravimetria ou análise termogravimétrica foi realizada para obter informações sobre a estabilidade térmica dos compósitos híbridos (S + R, S + C e S + V) e não híbrido (S). As Figuras 4.13 (TG) e 4.14 (DTG) mostram a degradação térmica dos compósitos em função da hibridização intralaminar. É sabido que, quando um material se degrada, perde massa na forma de voláteis (MOTHÉ; AZEVEDO, 2009; NETO et al., 2019). A partir da Figura 4.13, pode-se observar que as curvas de TG apresentaram tendências semelhantes. Deve-se notar que o compósito híbrido S + V (vegetal-sintético) apresentou baixa perda de massa em temperaturas mais altas quando comparados aos compósitos reforçados somente com fibras vegetais. Isso era esperado, uma vez que a temperatura de decomposição da fibra de vidro é maior em comparação com a temperatura de decomposição dos constituintes (celulose, hemicelulose e lignina) das fibras vegetais (ver seção 2.2.3).

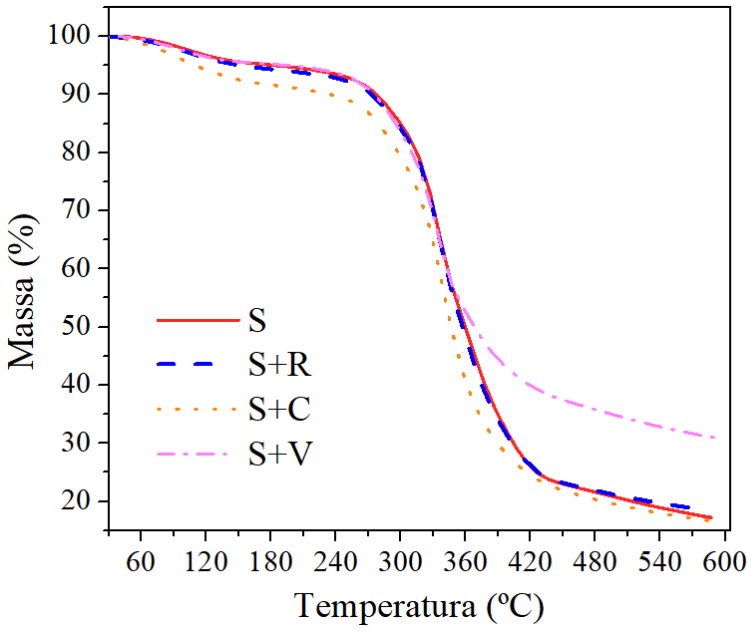


Figura 4.13 – Curvas TG em função da hibridização intralaminar.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

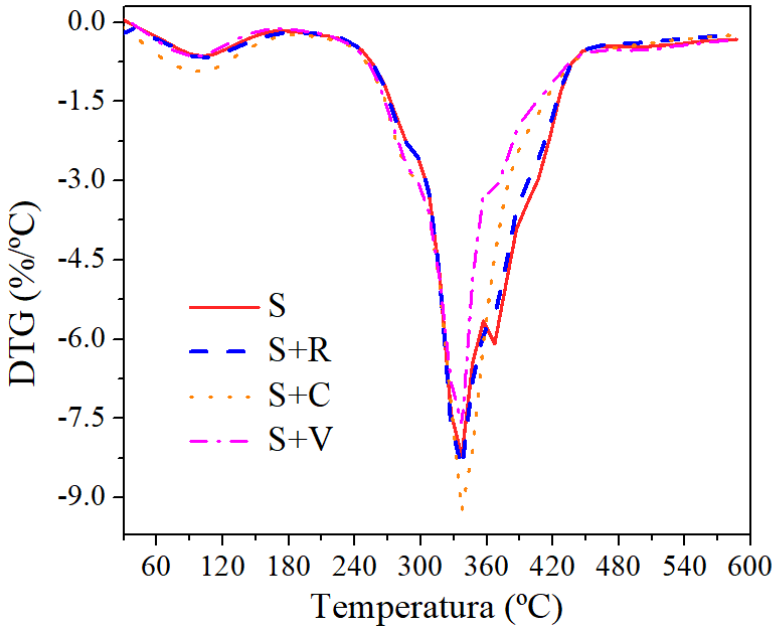


Figura 4.14 – Curvas DTG em função da hibridização intralaminar.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

Do ponto de vista prático, a estabilidade térmica dos compósitos de fibras vegetais está relacionada ao início de perda de massa (ver seção 2.2.3). Isso é claramente observado como uma acentuada inclinação descendente na curva TG, que pode ser observada a 240-420ºC na Fig. 4.12.

A Figura 4.14 mostra as curvas DTG, onde dois estágios principais de decomposição podem ser observados: um primeiro com uma perda de massa na faixa de 30 a 150°C devido à liberação de umidade retida das fibras e um segundo estágio, que ocorreu entre 260 e 420ºC devido ao processo de pirólise. Este segundo estágio é onde ocorre a degradação térmica dos principais constituintes das fibras vegetais (celulose, hemicelulose e lignina) (GAÑÁN et al., 2005) (ver seção 2.2.3). Os principais picos de degradação apareceram em torno de 337ºC e foram quase os mesmos valores para os compósitos híbridos (S + R, S + C e S + V) e não híbrido (S).

O compósito híbrido S + V (vegetal-sintético) revelou menor velocidade para a perda de massa em comparação com os outros tipos de compósitos. Gañán et al. (2005) analisaram as propriedades térmicas por análise TG/DTG de compósitos epóxi reforçados com fibras de sisal em função de tratamentos superficiais nas fibras (sem tratamento, mercerização, silanizado e silanizado com mercerização anterior). Eles

mostraram que ambos os tratamentos melhoraram o desempenho térmico dos compósitos e que a decomposição dos constituintes da fibra de sisal ocorreu na faixa de 210 a 350 ºC.

4.3.2 DSC

A DSC é uma técnica que mede a temperatura e o fluxo de calor associados a transições de materiais, em função da temperatura e/ou do tempo. Informações qualitativas e quantitativas sobre mudanças físicas e químicas envolvendo processos endotérmicos (absorção de calor) e exotérmicas (liberação de calor) são fornecidas por este método. Os picos exotérmicos, endotérmicos e as magnitudes indicam a transformação da fase térmica dos compósitos (AJI et al., 2012; LEVER et al., 2014; MOTHÉ; AZEVEDO, 2009; SAW; DATTA, 2009).

A Figura 4.15 apresenta as curvas DSC para os compósitos híbridos estudados, onde predominaram dois eventos (endotérmico e exotérmico). Os resultados foram do primeiro aquecimento. O primeiro pico térmico apareceu em torno da temperatura de 140°C e está relacionado ao processo de desidratação das amostras (AJI et al., 2012; MOTHÉ; AZEVEDO, 2009; SAW; DATTA, 2009) (ver seção 2.2.3). Os compósitos híbridos S + R e S + C apresentaram um valor para o pico endotérmico menor (em módulo) comparado ao compósito não híbrido de S, aproximadamente 136,5ºC e 137,8ºC em comparação a 140,5ºC, respectivamente. Isso pode ser explicado pelo fato de que em compósitos com maior teor de fibras naturais mostram maior absorção de água (SAHU; GUPTA, 2017). Além disso, o pico exotérmico encontrado em torno de 365°C é atribuído à decomposição dos constituintes das fibras (celulose e lignina) e da matriz epóxi (ALBANO et al., 1999; LEE; WANG, 2006; MONTEIRO et al., 2012; MOTHÉ; AZEVEDO, 2009; SEN; KUMAR, 2010) (ver seção 2.2.3).

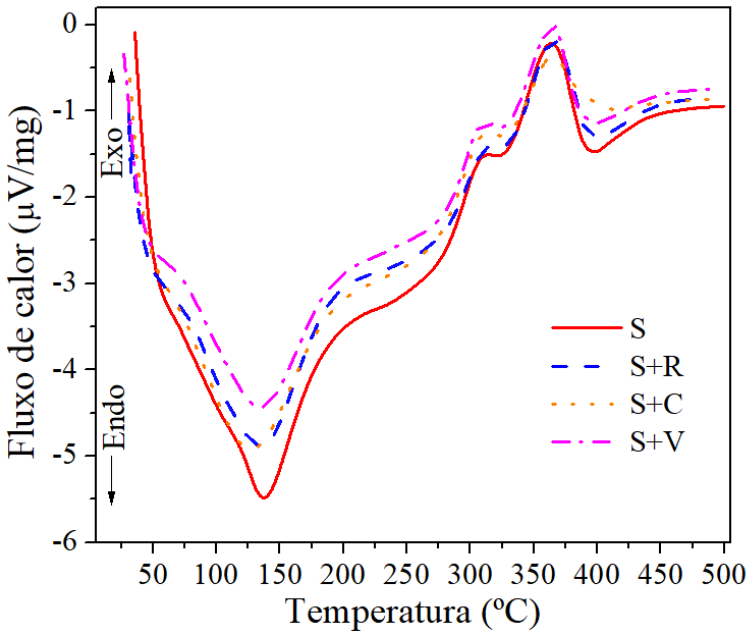


Figura 4.15 – Curvas DSC em função da hibridização intralaminar.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

A Tabela 4.5 mostra os dados DSC para cada compósito estudado em função da hibridização.

Tabela 4.5 – Dados da análise DSC.

Compósitos	**Picos endotérmicos (ºC)**	**Picos exotérmicos (ºC)**
S	140,5	362,9
S + R	136,5	364,2
S + C	137,8	367,6
S + V	144,2	365,5

A hibridização não afetou significativamente a estabilidade térmica dos compósitos epóxi a base de tecido de sisal. Porém, as propriedades mecânicas foram melhoradas com o método da hibridização, onde o melhor resultado mecânico, somente com fibras vegetais, foi o compósito híbrido S + C. Em outro estudo recente, Cavalcanti et al. (2019) investigou o efeito da hibridização intralaminar em compósitos epóxi a base de tecido de juta. Foi mostrado que o melhor resultado mecânico se deu no compósito híbrido J + C (vegetal-vegetal). Sendo assim, a seguir é apresentado um

estudo dos efeitos da hibridização intralaminar na resistência à fratura em modo I de compósitos epóxi híbridos S + C e J + C, comparando os resultados com os compósitos não híbridos de S e J.

4.4 DCB

Para os cálculos a seguir, foi utilizada os valores de deslocamentos obtidos pela própria máquina de ensaio universal AG-50kNG. Porém, foi feito uma correção, devido a influência da rigidez dos acessórios (garras e barras) (PEREIRA, 2006, p.191).

A Figura 4.16 mostra curvas representativas da força aplicada versus deslocamento ($P - \delta$) para os compósitos híbridos e não híbridos (S + C, J + C, S e J) obtidas a partir do ensaio DCB.

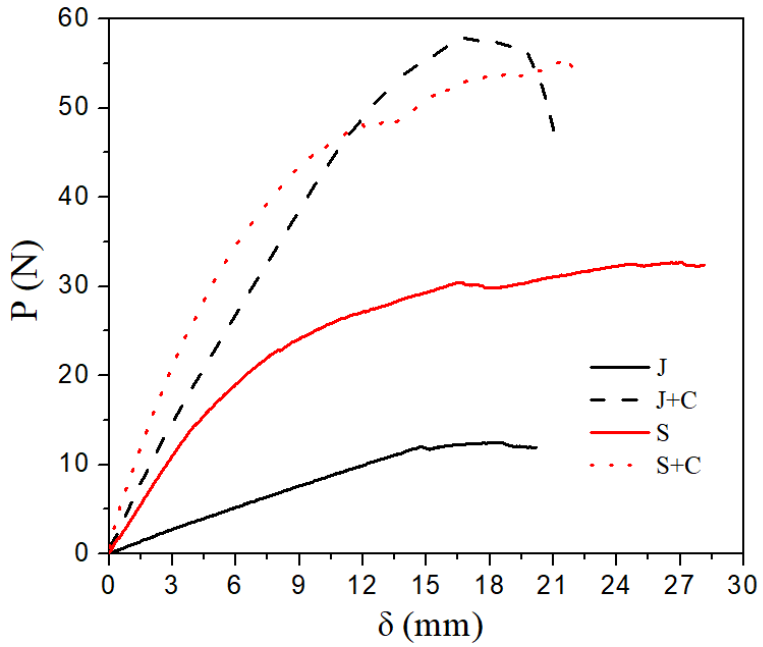


Figura 4.16 – Curvas representativas da força-deslocamento *($P - \delta$)* do ensaio DCB.

Fonte: Produzido pelo autor, 2020.

Pode-se observar que o processo de hibridização intralaminar aumentou os valores para a força aplicada nos compósitos híbridos, J + C e S + C, em comparação com os compósitos não híbridos, J e S (Fig. 4.15). A força máxima para J, J + C, S e S + C foram de 12,9 N, 59,6 N, 33,7 N e 57,3 N, respectivamente. Lima et al. (2020)

descobriram em ensaio de fibra única que a resistência à tração da fibra de juta foi de 254,5 ± 80,3 MPa, enquanto que para o sisal foi de 398,5 ± 83,7 MPa, o que pode explicar a menor força encontrada no ensaio DCB para o compósito não híbrido de juta (12,9 N) em comparação com o compósito não híbrido de sisal (33,7 N).

A Figura 4.17 mostra os estágios do desenvolvimento da trinca para os compósitos de J, J + C, S e S + C, nesta ordem: I) Deformação elástica, II) Iniciação da trinca e, III) Propagação da trinca. A iniciação da trinca para J, J + C, S e S + C foi visualmente observada numa força média de 5,7 N, 47,9 N, 16,9 N e 42,2 N, respectivamente. A força para o início da trinca dos compósitos híbridos de J + C e S + C, foi maior do que para os compósitos não híbridos de J e S.

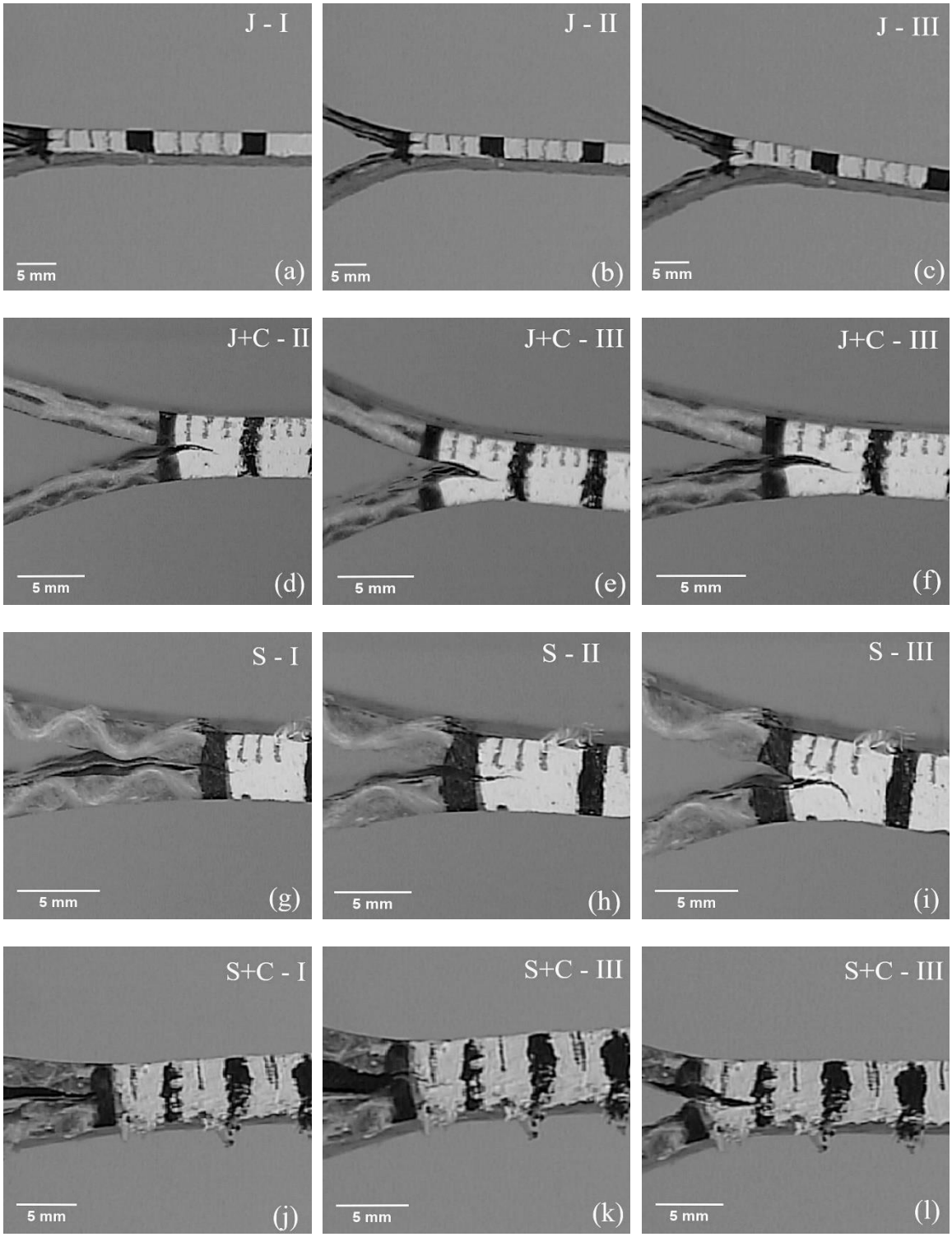


Figura 4.17 – Imagens obtidas através do vídeo ME46-Messphysik nos seguintes estágios: (Estágio I) Deformação elástica, (Estágio II) Início da trinca e (Estágio III) Propagação da trinca

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

As Figuras (4.17-a, 4.17-g, 4.17-j) mostram um primeiro estágio na deformação elástica, onde se inicia a formação das trincas. O segundo estágio é quando a força e o deslocamento iniciais são registrados pela observação visual (VIS) em uma folha de dados (Fig. 4.17-b, 4.17-d, 4.17-h). Finalmente, no terceiro estágio acontece a propagação da trinca. É possível observar que a trinca se desvia do plano médio dos compósitos (Fig. 4.17-c, 4.17-e, 4.17-f, 4.17-i, 4.17-k, 4.17-l).

Para a propagação da trinca, os comprimentos médios medidos foram: 1,38 mm para J, 6,28 mm para J + C, 5,20 mm para S e 5,56 mm para S + C. Portanto, a propagação da trinca foi maior nos compósitos híbridos (J + C e S + C) do que nos compósitos não híbridos (J e S). Isso pode ser explicado pelo fato de que o processo de hibridização intralaminar aumentou a rigidez dos compósitos híbridos (SHESAN et al., 2019, p.11). Esta melhora na rigidez é devido aos valores dos módulos de elasticidade de cada fibra vegetal (i.e., 22,33 ± 10,10 GPa da juta, 61,99 ± 25,30 GPa do sisal e 87,23 ± 15,40 GPa do curauá). O método de hibridização intralaminar teve o efeito positivo de melhorar a rigidez dos compósitos híbridos.

Pode ser observado que a propagação da trinca não foi estável, ou seja, não se propagou pelo plano médio dos compósitos (Fig. 4.17). Devido ao pequeno comprimento e a instabilidade da trinca, não foi possível obter as curvas-R nesse estudo. Almansour et al. (2017) também observaram que o método de hibridização teve efeitos positivos na resistência à fratura em modo I e as trincas também foram pequenas e instáveis no plano médio dos compósitos.

Os valores médios da tenacidade à fratura em modo I de iniciação (G_{Ic}) são mostrados na Tab. 4.6, usando o método TVC e três diferentes critérios para a obtenção dos dados (VIS, NL e 5%/Max).

Tabela 4.6 – Tenacidade à fratura em modo I de iniciação (G_{Ic}).

Compósito	G_{Ic} (J/m²)		
	VIS	**NL**	**5%/Max**
J	6,93 ± 3,50 (50,5%)	6,33 ± 3,30 (52,1%)	11,2 ± 2,36 (21,1%)
J + C	18,9 ± 4,39 (23,2%)	16,9 ± 3,94 (23,3%)	23,7 ± 3,98 (16,8%)
S	12,6 ± 11,2 (88,9%)	11,1 ± 9,46 (85,2%)	16,2 ± 14,5 (89,5%)
S + C	25,7 ± 2,42 (9,42%)	22,1 ± 0,01 (0,05%)	30,9 ± 0,14 (0,45%)

Pode-se observar que o método de hibridização intralaminar aumentou os valores da tenacidade à fratura em modo I (G_{Ic}) dos compósitos híbridos J + C e S + C, comparados aos compósitos não híbridos de J e S. Por exemplo, o G_{Ic} obtido pelo critério VIS, do compósito J + C aumentou aproximadamente 273% e 204% para S + C em comparação com os compósitos não híbridos de J e S, respectivamente. O G_{Ic} obtido pelo critério NL dos compósitos híbridos de J + C e S + C aumentou aproximadamente 267% e 199% em comparação com os compósitos não híbridos de J e S, respectivamente. Finalmente, o G_{Ic} obtido pelo critério 5%/Max para os compósitos híbridos de J + C aumentaram em aproximadamente 212% e 191% para S + C em comparação com os compósitos não híbridos de J e S. Os resultados estão de acordo com a literatura (ALMANSOUR; DHAKAL; ZHANG, 2017; NASUHA; AZMI; TAN, 2017; RAVANDI et al., 2016), onde o método da hibridização também proporcionou um aumento dos valores de G_{Ic}.

Foi mostrado na literatura que o tipo de fibra (natural ou sintética), tipo de matriz polimérica, sequência de empilhamento da laminação e quantidade de camadas em compósitos, tem influências significativas nas propriedades mecânicas (por exemplo: resistência à tração e flexão, energia ao impacto e resistência à fratura) de compósitos híbridos (ALMANSOUR; DHAKAL; ZHANG, 2017; CAVALCANTI et al., 2019; NASUHA; AZMI; TAN, 2017; PEREIRA et al., 2005; RAVANDI et al., 2016; REIS et al., 2020).

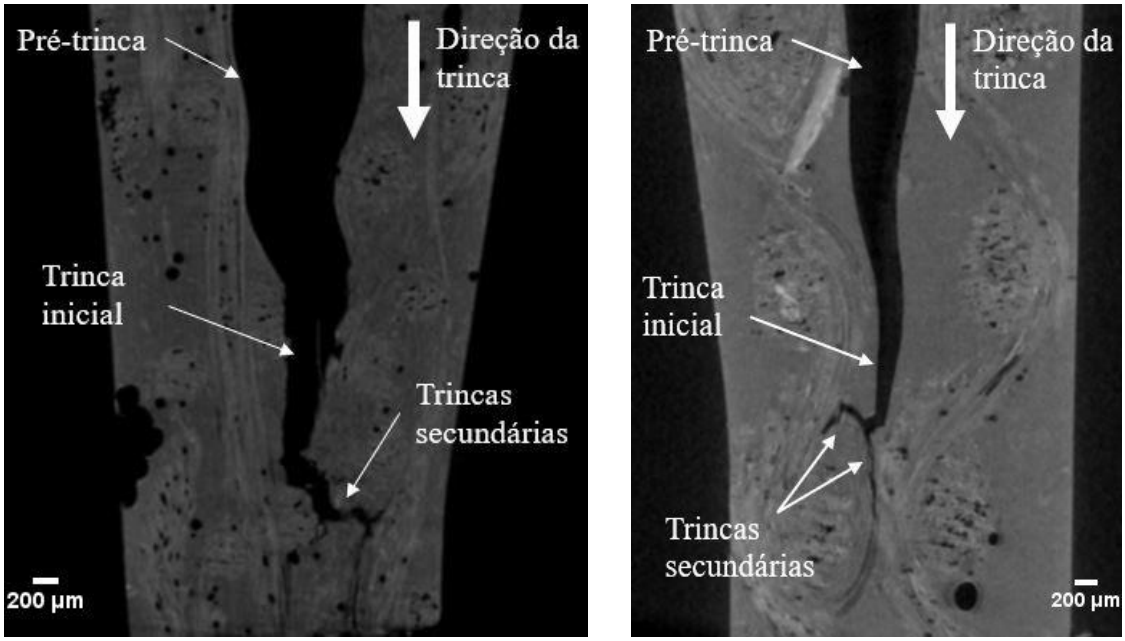
Os resultados obtidos pelo critério 5%/Max foram maiores em comparação aos valores obtidos pelos critérios VIS e NL (ver Tab. 4.6). Esses resultados estão de acordo com a norma ASTM D5528 (ASTM D5528, 1999), onde o critério NL é o mais conservador, seguido pelo critérios VIS e 5%/Max.

O coeficiente de variação (ver Tab. 4.6) mostra que os dados mais homogêneos para G_{Ic} foram S + C, J + C, J e S, nesta ordem, para os três critérios de obtenção dos dados utilizados (VIS, NL e 5%/Max).

4.5 Análise da superfície fraturada: µCT

As falhas em compósitos podem acontecer por delaminação, perda de energia em termos de trincas na matriz, *pull-out* devido à falta de adesão fibra-matriz, fratura da

fibra, etc. (GOLDSTEIN et al., 2018). A Figura 4.18 apresenta a delaminação e a forma das trincas dentro dos compósitos híbridos (J + C e S + C) obtidos por um equipamento de tomografia computadorizado de raio-X (µCT) com o seguinte tamanho de pixel para as imagens, 12 pixels iguais a 1 µm.



(a) (b)

Figura 4.18 – Imagens de raios-X das trincas dos compósitos do ensaio DCB em função da hibridização: (a) J + C e (b) S + C.

Fonte: Produzido pelo autor, 2019.

Pode-se observar que a propagação das trincas (primárias e secundárias) não foi estável no meio dos compósitos híbridos. Resultados semelhantes foram relatados na literatura por Almansour et al. (2017), onde foi mostrado que em compósitos híbridos de fibras naturais, não houve uma propagação estável das trincas.

A presença de poucos vazios dentro dos compósitos híbridos também foi observada (Fig. 4.18-a e Fig. 4.18-b). No entanto, pode-se observar que a propagação das trincas não seguiu o caminho em direção ou a partir dos vazios. As imagens de raios-X não mostraram evidências do mecanismo de *pull-out*.

CONCLUSÃO

5.1 Conclusões

Esta tese apresentou um estudo de compósitos epóxi com reforços intralaminares híbridos de fibras vegetais. A justificativa da realização deste trabalho foi devida as fibras vegetais serem sustentáveis, ter viabilidade econômica, serem amplamente disponíveis no Brasil e terem potencial como material de Engenharia. Assim, foram investigados os efeitos da hibridização intralaminar: Primeira etapa – nas propriedades mecânicas e térmicas dos seguintes compósitos híbridos sisal + curauá (S + C), sisal + rami (S + R) e sisal + vidro (S + V), e não híbrido de sisal (S); e Segunda etapa – na resistência à fratura em modo I dos seguintes compósitos híbridos juta + curauá (J + C) e S + C, e não híbridos de juta (J) e S. Os principais resultados encontrados na pesquisa foram:

Primeira etapa:

- O método de hibridização intralaminar melhorou as propriedades de tração dos compósitos não híbridos a base de tecido de sisal. Para os compósitos híbridos S + C e S + V, o aumento na resistência à tração foi de 34,98% e 43,99%, respectivamente, em comparação com compósito não híbrido de S, enquanto para o compósito híbrido S + R o aumento na resistência à tração foi de aproximadamente 24,83%. O módulo de elasticidade aumentou para os compósitos híbridos S + R (aproximadamente 14,01%), S + C (aproximadamente 32,14%) e S + V (aproximadamente 50,00%) quando comparado ao compósito não híbrido de S;
- O módulo de elasticidade e a resistência à flexão dos compósitos híbridos também foram afetados pelo método da hibridização intralaminar de fibras. Os compósitos híbridos S + C e S + V tiveram um aumento da resistência à flexão de aproximadamente 51,63% e 58,54%, respectivamente, em comparação com o compósito não híbrido de S, enquanto para o compósito híbrido S + R o aumento

na resistência à flexão foi de aproximadamente 37,81%. O maior valor para o módulo de elasticidade à flexão encontrado foi o compósito híbrido S + V (aproximadamente 63,31% em comparação ao compósito não híbrido de S);

- O método de hibridização intralaminar melhorou as propriedades de impacto para os compósitos híbridos S + C (um aumento de aproximadamente 47,28%) e S + V (um aumento de aproximadamente 50,90%), enquanto a resistência ao impacto do compósito híbrido S + R não teve um aumento significativo (aproximadamente 2,59%), quando comparado ao compósito não híbrido de S;
- As micrografias MEV mostraram fratura frágil da matriz epóxi e quebra de fibras próximas a matriz;
- As curvas DTG mostraram dois estágios principais na decomposição: um primeiro estágio com uma leve perda de massa na faixa de 30-150ºC devido à remoção de umidade dos compósitos e um segundo estágio, que ocorreu entre 240 e 420ºC devido ao processo de pirólise. O maior pico de degradação apareceu nas curvas DTG em torno de 337ºC para todos os compósitos. Isso mostrou que o método de hibridização não afetou a estabilidade térmica dos compósitos;
- A análise DSC mostrou que os compósitos híbridos S + R e S + C apresentaram valor para o pico endotérmico mais baixo em comparação com o compósito não híbrido de S.

Segunda etapa:

- O método da hibridização intralaminar aumentou o valor da tenacidade à fratura em modo I (G_{Ic}) para os compósitos híbridos J + C e S + C, quando comparado aos compósitos não híbridos de J e S. Para o critério VIS, o aumento de G_{Ic} foi de aproximadamente 273% para o compósito híbrido J + C e de aproximadamente 204% para o compósito híbrido S + C. Para o critério NL, o aumento de G_{Ic} foi de aproximadamente 267% para J + C e de aproximadamente 199% para S + C, enquanto que para o critério 5%/Max, o aumento de G_{Ic} foi de aproximadamente 212% para J + C e de aproximadamente 191% para S + C. O critério NL foi o mais conservador de acordo com a norma ASTM D5528;

- As imagens de raios-X mostraram que a propagação das trincas (primárias e secundárias) não foi estável no meio dos compósitos híbridos de J + C e S + C.

Além dos resultados encontrados, as contribuições científicas que esta tese trouxe foram: as fibras vegetais podem ser combinadas pelo método de hibridização intralaminar, a fim de obter as vantagens de cada fibra. Compósitos híbridos reforçados com fibras vegetais têm potencial para substituir compósitos reforçados com fibras de vidro em aplicações não estruturais, dando destaque para a fibra de curauá. Por fim, a hibridização intralaminar pode ser usada como um método eficaz para melhorar as propriedades mecânicas de CRFNs.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

A seguir são apresentadas algumas sugestões a serem mais aprofundadas e pesquisadas no futuro:

- Degradação dos compósitos híbridos por meio de ensaio de absorção de água;
- Tratamentos superficiais nas fibras de reforço;
- Efeito de diferentes taxas de velocidade nos ensaios de tração;
- Analisar as propriedades viscoelástica dos compósitos híbridos;
- Análise térmica utilizando outro tipo de atmosfera;
- Combinação de outras fibras vegetais e sintética para ensaio DCB em modo I e investigar a evolução e propagação da trinca através das curvas-R;
- Estudos da sensibilidade à delaminação em modo II;
- Estudos da sensibilidade à delaminação em modo II na fadiga;
- Modelagem pelo Método de Elementos Finitos (MEF) para obter um modelo numérico computacional, fazer comparações com o experimental/normas e ampliar as análises físicas (por exemplo: não linearidade, modal, dinâmica, transferência de calor, otimização e físicas acopladas).

REFERÊNCIAS

AGENDA 2030. **Agenda 2030 para o Desenvolvimento Sustentável**. Disponível em: <https://nacoesunidas.org/pos2015/agenda2030/>. Acesso em: 14 maio. 2020.

AJI, I. S. et al. Thermal property determination of hybridized kenaf/PALF reinforced HDPE composite by thermogravimetric analysis. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 109, n. 2, p. 893–900, 28 ago. 2012.

ALBANO, C. et al. Thermal stability of blends of polyolefins and sisal fiber. **Polymer Degradation and Stability**, v. 66, p. 179–190, 1999.

ALMANSOUR, F. A.; DHAKAL, H. N.; ZHANG, Z. Y. Effect of water absorption on Mode I interlaminar fracture toughness of flax/basalt reinforced vinyl ester hybrid composites. **Composite Structures**, v. 168, p. 813–825, 2017.

ALMEIDA, J. H. S. et al. Hybridization effect on the mechanical properties of curaua/glass fiber composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 55, p. 492–497, 1 dez. 2013.

ASHRAF, M. A. et al. Jute Based Bio and Hybrid Composites and Their Applications. **Fibers**, v. 7, n. 9, p. 77, 28 ago. 2019.

ASTM D3418. **Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers By Differential Scanning Calorimetry**, 2015.

ASTM D5528. **Mode I Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites.**, 1999.

ASTM D6110. **Standard Test Method for Determining the Charpy Impact Resistance of Notched Specimens of Plastics**, 2004.

ASTM D638. **Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics**, 2002.

ASTM D790. **Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials**, 2003.

ASTM E1131. **Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry**, 2008.

ATIQAH, A. et al. Thermal properties of sugar palm/glass fiber reinforced thermoplastic polyurethane hybrid composites. **Composite Structures**, v. 202, p. 954–958, 15 out. 2018.

BOOPALAN, M.; NIRANJANAA, M.; UMAPATHY, M. J. Study on the mechanical properties and thermal properties of jute and banana fiber reinforced epoxy hybrid composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 51, p. 54–57, 1 ago. 2013.

BRAGA, R. A.; MAGALHAES, P. A. A. Analysis of the mechanical and thermal properties of jute and glass fiber as reinforcement epoxy hybrid composites. **Materials Science and Engineering C**, v. 56, p. 269–273, 1 nov. 2015.

BRASIL. **PORTARIA nº333 de 16 de Agosto de 2018**. Disponível em: <http://pesquisa.in.gov.br/imprensa/jsp/visualiza/index.jsp?data=21/08/2018&jornal=515&pagina=72>. Acesso em: 14 maio. 2020.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 5. ed. [s.l.] LTC Editora, 2000.

CAVALCANTI, D. K. K. et al. Mechanical characterization of intralaminar hybrid natural fibre-reinforced composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 175, p. 107149, 15 out. 2019.

CHEN, J. et al. Mechanical and water absorption behaviors of corn stalk/sisal fiber-reinforced hybrid composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 135, n. 26, p. 1–7, 2018.

CHEN, Q. et al. Mode I interlaminar fracture toughness behavior and mechanisms of bamboo. **Materials and Design**, v. 183, p. 108132, 2019.

CHOUSAL, J. A. G.; DE MOURA, M. F. S. F. Validação da medição de deformações por correlação digital de imagem em compósitos laminados de matriz polimérica. **Revista Iberoamericana**, v. 11, p. 23–34, 2007.

EMBRAPA. **Cultura do rami no agreste nordestino**. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-publicacoes/-/publicacao/270446/cultura-do-rami-no-agreste-nordestino>. Acesso em: 17 jun. 2020.

EMBRAPA. **Planta da fibra de sisal**. Disponível em:

<https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/CNPA/19918/1/Folder_Sisal_Recomendacoes.pdf>. Acesso em: 25 jun. 2020.

EMBRAPA. **Pesquisas com curauá dão suporte à indústria**. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/18021143/pesquisas-com-curaua-dao-suporte-a-industria>. Acesso em: 17 jun. 2020.

EMBRAPA. **Cultivo do sisal no nordeste brasileiro**. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/278171/1/CIRTEC123.pdf>. Acesso em: 28 jul. 2020.

EMBRAPA. **Planta curauá**. Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/29628/1/ProdutosServicosCurua.pdf>. Acesso em: 15 jul. 2020.

EMBRAPA. **Território do sisal**. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-solucoes-tecnologicas/-/produto-servico/2484/arvore-do-conhecimento-da-agricultura-familiar-do-territorio-do-sisal>. Acesso em: 15 jun. 2020.

FARUK, O. et al. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010. **Progress in Polymer Science**, v. 37, n. 11, p. 1552–1596, 2012.

FERREIRA, A. DA S.; HOMMA, A. K. O. Índia e Japão no percurso histórico de desenvolvimento da cultura da juta no Brasil. **Revista Querubim**, v. 1, p. 4–10, 2017.

FERREIRA, B. T. et al. Sisal-glass hybrid composites reinforced with silica microparticles. **Polymer Testing**, v. 74, n. December 2018, p. 57–62, 1 abr. 2019.

GAÑÁN, P. et al. Surface modification of sisal fibers: Effects on the mechanical and thermal properties of their epoxy composites. **Polymer Composites**, v. 26, n. 2, p. 121–127, 2005.

GHALIA, M. A.; ABDELRASOUL, A. Compressive and fracture toughness of natural and synthetic fiber-reinforced polymer. In: **Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites**. Canada: Elsevier Ltd, 2018. p. 123–140.

GIRIDHARAN, R. Preparation and property evaluation of Glass/Ramie fibers reinforced epoxy hybrid composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 167, n. June

2018, p. 342–345, 2019.

GOLDSTEIN, J. I. et al. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. 4. ed. New York, USA: Springer, 2018.

GUALTIERI, S. **Novel technique for DIC speckle pattern optimization and generation**. [s.l.] Politecnico of Milano, 2012.

GUPTA, M. Thermal and dynamic mechanical analysis of hybrid jute/sisal fibre reinforced epoxy composite. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications**, v. 232, n. 9, p. 743–748, 21 set. 2018.

GUPTA, M. K.; SRIVASTAVA, R. K. Tribological and dynamic mechanical analysis of epoxy based hybrid sisal/jute composite. **Indian Journal of Engineering and Materials Sciences**, v. 23, n. 1, p. 17–44, 2016.

GURUNATHAN, T.; MOHANTY, S.; NAYAK, S. K. A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 77, p. 1–25, 2015.

HODGKINSON, J. M. **Mechanical testing of advanced fibre composites**. [s.l.] Woodhead Publishing, 2000.

IBGE. **Valor da produção anual da fibra de sisal no Brasil entre os anos de 2009 até 2018**. Disponível em: <https://cidades.ibge.gov.br/brasil/pesquisa/15/12040?tipo=grafico&indicador=12042>. Acesso em: 25 jun. 2020.

ISO 179. **Plastics - Determination of Charpy impact properties**, 2010.

JARUKUMJORN, K.; SUPPAKARN, N. Effect of glass fiber hybridization on properties of sisal fiber-polypropylene composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 40, n. 7, p. 623–627, out. 2009.

JUNIOR, C. C. M. F. **Fibras vegetais para compósitos poliméricos**. 1. ed. Ilhéus - Bahia: Editus - Editora da UESC, 2017.

KIM, J.; MAI, Y. **Engineered Interfaces in Fiber Reinforced Composites**.

Kidlington, U.K.: Elsevier, 1998.

LAU, K. TAK et al. Properties of natural fibre composites for structural engineering applications. **Composites Part B: Engineering**, v. 136, n. October 2017, p. 222–233, 2018.

LEE, S.-H.; WANG, S. Biodegradable polymers/bamboo fiber biocomposite with bio-based coupling agent. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 37, p. 80–91, 2006.

LEVER, T. et al. ICTAC nomenclature of thermal analysis (IUPAC Recommendations 2014). **Pure and Applied Chemistry**, v. 86, n. 4, p. 545–553, 2014.

LI, Y.; MAI, Y. W.; YE, L. Sisal fibre and its composites: A review of recent developments. **Composites Science and Technology**, v. 60, n. 11, p. 2037–2055, 1 ago. 2000.

LIMA, R. A. A. et al. Effect of surface treatments on interfacial properties of natural intralaminar hybrid composites. **Polymer Composites**, v. 41, n. 1, p. 314–325, 2020.

LIMA, R. DE A. A. **Influência de tratamentos superficiais em compósitos híbridos reforçados com fibras naturais**. [s.l.] CEFET/RJ, 2018.

MACIEL, N. D. O. R. et al. Comparative tensile strength analysis between epoxy composites reinforced with curaua fiber and glass fiber. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 7, n. 4, p. 561–565, 2018.

MARINUCCI, G. **Materiais Compósitos Poliméricos - Fundamentos e Tecnologia**. 1. ed. São Paulo: Artliber Editora Ltda, 2011.

MARTIN, A. R. et al. Studies on the thermal properties of sisal fiber and its constituents. **Thermochimica Acta**, v. 506, n. 1–2, p. 14–19, 2010.

MISHRA, S. et al. Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. **Composites Science and Technology**, v. 63, n. 10, p. 1377–1385, 1 ago. 2003.

MONTEIRO, S. N. et al. Natural Lignocellulosic Fibers as Engineering Materials—An Overview. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 42, n. 10, p. 2963, 2011.

MONTEIRO, S. N. et al. Thermogravimetric behavior of natural fibers reinforced

polymer composites-An overview. **Materials Science and Engineering A**, v. 557, p. 17–28, 2012.

MONTEIRO, S. N. et al. Promising Curaua Fiber-Reinforced Polyester Composite for High-Impact Ballistic Multilayered Armor. **Polymer Engineering and Science**, v. 57, n. 9, p. 947–954, 2017.

MOORE, D. R. **The application of fracture mechanics to polymers, adhesives and composites**. 1. ed. Kidlington, UK: Elsevier Ltd, 2004. v. 369

MOTHÉ, C. G.; AZEVEDO, A. D. DE. **Análise Térmica de Materiais**. São Paulo: Artiliber Editora Ltda, 2009.

NASUHA, N.; AZMI, A. I.; TAN, C. L. A review on mode-I interlaminar fracture toughness of fibre reinforced composites. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 908, n. 1, p. 0–8, 2017.

NETO, F. L.; PARDINI, L. C. **Compósitos Estruturais: ciência e tecnologia**. 2ª ed. São Paulo: Blucher, 2016.

NETO, J. S. S. et al. Effect of chemical treatment on the thermal properties of hybrid natural fiber-reinforced composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 136, n. 10, p. 47154, 10 mar. 2019.

ORNAGHI, H. et al. Hybridization effect on the mechanical and dynamic mechanical properties of curaua composites. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, n. 24, p. 7285–7289, 2011.

PAPA, I. et al. Impact behaviour of hybrid basalt/flax twill laminates. **Composites Part B: Engineering**, v. 153, p. 17–25, 15 nov. 2018.

PEREIRA, A. B. et al. Mode I interlaminar fracture of woven glass/epoxy multidirectional laminates. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 36, n. 8, p. 1119–1127, 2005.

PEREIRA, A. M. DE B. **Fractura interlaminar de compósitos de matriz polimérica**. [s.l.] Universidade de Aveiro - Portugal, 2006.

PRASANNA VENKATESH, R.; RAMANATHAN, K.; SRINIVASA RAMAN, V. Tensile, flexual, impact and water absorption properties of natural fibre reinforced

polyester hybrid composites. **Fibres and Textiles in Eastern Europe**, v. 24, n. 3, p. 90–94, 30 abr. 2016.

RADZI, A. M. et al. Water absorption, thickness swelling and thermal properties of roselle/sugar palm fibre reinforced thermoplastic polyurethane hybrid composites. **Journal of Materials Research and Technology**, 31 jul. 2019.

RAMBABU, V.; NAIDU, A. L.; KONA, S. Analysis of Mechanical and Thermal Behavior of Sisal Fiber Composites: Review. **Recent Advances in Material Sciences**, n. August, p. 329–338, 2019.

RAMESH, M.; PALANIKUMAR, K.; REDDY, K. H. Impact behaviour analysis of sisal/jute and glass fiber reinforced hybrid composites. **Advanced Materials Research**, p. 984–985, 2014.

RAMZY, A. et al. Developing a new generation of sisal composite fibres for use in industrial applications. **Composites Part B: Engineering**, v. 66, p. 287–298, 1 nov. 2014.

RAVANDI, M. et al. The effects of through-the-thickness stitching on the Mode I interlaminar fracture toughness of flax/epoxy composite laminates. **Materials and Design**, v. 109, p. 659–669, 2016.

REIS, J. M. L. et al. Displacement rate effect in the fracture toughness of glass fiber reinforced polyurethane. **Journal of Composite Materials**, p. 0021998320908300, 25 fev. 2020.

REVISTA GLOBO RURAL. **Planta da fibra de juta**. Disponível em: <http://revistagloborural.globo.com/Revista/Common/0,,ERT183007-18283,00.html>. Acesso em: 29 jul. 2020.

ROMANZINI, D. et al. Influence of fiber content on the mechanical and dynamic mechanical properties of glass/ramie polymer composites. **Materials & Design**, v. 47, p. 9–15, 1 maio 2013.

SAFRI, S. N. A. et al. Impact behaviour of hybrid composites for structural applications: A review. **Composites Part B: Engineering**, v. 133, p. 112–121, 2018.

SAHU, P.; GUPTA, M. K. Sisal (Agave sisalana) fibre and its polymer-based

composites: A review on current developments. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 36, n. 24, p. 1759–1780, 16 dez. 2017.

SAW, S. K.; DATTA, C. Thermo mechanical properties of jute/bagasse hybrid fibre reinforced epoxy thermoset composites. **BioResources**, v. 4, p. 1455, 2009.

SCOLARI, D. D. G. **Produção agrícola mundial: o potencial do Brasil**. Disponível em: <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/handle/doc/417182>. Acesso em: 14 jul. 2020.

SEN, A.; KUMAR, S. Coir-fiber-based fire retardant nano filler for epoxy composites. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 101, p. 265–271, 2010.

SENTHILKUMAR, K. et al. Mechanical properties evaluation of sisal fibre reinforced polymer composites: A review. **Construction and Building Materials**, v. 174, p. 713–729, 2018.

SHARPE JÚNIOR, W. N. **Springer Handbook of Experimental Solid Mechanics**. Baltimore, USA: Springer, 2008.

SHESAN, O. J. et al. Improving the Mechanical Properties of Natural Fiber Composites for Structural and Biomedical Applications. In: **Renewable and Sustainable Composites**. [s.l.] IntechOpen, 2019.

SILVA, F. DE A. et al. High speed tensile behavior of sisal fiber cement composites. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 544–552, 2010.

SIMONASSI, N. T. et al. Reinforcement of polyester with renewable ramie fibers. **Materials Research**, v. 20, p. 51–59, 2017.

SUTTON, M. A.; ORTEU, J. J.; SCHREIER, H. **Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements - Basic concepts, theory and applications**. New York, USA: Springer, 2009.

SWOLFS, Y.; GORBATIKH, L.; VERPOEST, I. Fibre hybridisation in polymer composites: A review. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 67, p. 181–200, 1 dez. 2014.

TOMCZAK, F.; SATYANARAYANA, K. G.; SYDENSTRICKER, T. H. D. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil : Part III – Morphology fibers and properties of

Brazilian curaua. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 38, p. 2227–2236, 2007.

VELMURUGAN, R.; MANIKANDAN, V. Mechanical properties of palmyra/glass fiber hybrid composites. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, v. 38, n. 10, p. 2216–2226, 2007.

VTECH. **GOM Correlate 2D**. Disponível em: <https://www.vtech-br.com/gom-correlate>. Acesso em: 22 jun. 2020.

WAMBUA, P.; IVENS, J.; VERPOEST, I. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? **Composites science and technology**, v. 63, n. 9, p. 1259–1264, 2003.

ZAH, R.; LEAO, A.; HISCHIER, R. Curauá fibers in the automobile industry – a sustainability assessment. **Journal of Cleaner Production**, v. 15, p. 1032–1040, 2007.

ZHANG, Y. et al. Tensile and interfacial properties of unidirectional flax/glass fiber reinforced hybrid composites. **Composites Science and Technology**, v. 88, p. 172–177, 14 nov. 2013.

ZIN, M. H.; ABDAN, K.; NORIZAN, M. N. The effect of different fiber loading on flexural and thermal properties of banana/pineapple leaf (PALF)/glass hybrid composite. In: **Structural Health Monitoring of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites**. [s.l.] Woodhead Publishing, 2019. p. 1–17.

ANEXOS – Publicações em revistas científicas indexadas e anais de congressos nacionais/internacionais

ANEXO A – A. L. Pereira; M. D. Banea; J. S. S. Neto; D. K. K. Cavalcanti. Mechanical and thermal characterization of natural intralaminar hybrid composites based on sisal. Polymers 2020, 12, 866.

ANEXO B – A. L. Pereira; M. D. Banea; A. B. Pereira. Effect of intralaminar hybridization on mode I fracture toughness of natural fiber-reinforced composites. J. Braz. Soc. Mech. Sci. Eng. 2020, 42:451.

ANEXO C – A. L. Pereira; D. K. K. Cavalcanti; J. S. S. Neto; R. A. A. Lima; M. D. Banea. Hybrid composites with natural vegetable fibers – IV Congresso Ibero-Americano de Empreendedorismo, Energia, Ambiente e Tecnologia, Angra dos Reis, RJ, Brazil. 2018.

ANEXO D – A. L. Pereira; A. B. Lemos; R. O. Santos; M. D. Banea. Mechanical characterization of vegetal composites using DIC – 10th Brazilian Congress on Manufacturing Engineering, São Carlos, SP, Brazil. 2019.

ANEXO E – A. L. Pereira; R. O. Santos; M. D. Banea; A. B. Pereira. Mode I fracture of hybrid NFRC. TEchMA 2020 – 3rd International Conference on Technologies for the Wellbeing and Sustainable Manufacturing Solutions, Aveiro, Portugal.

ANEXO A – A. L. Pereira; M. D. Banea; J. S. S. Neto; D. K. K. Cavalcanti. Mechanical and thermal characterization of natural intralaminar hybrid composites based on sisal. Polymers 2020, 12, 866.

polymers

MDPI

Article

Mechanical and Thermal Characterization of Natural Intralaminar Hybrid Composites Based on Sisal

Alexandre L. Pereira, Mariana D. Banea *, Jorge S.S. Neto and Daniel K.K. Cavalcanti

Federal Center of Technological Education in Rio de Janeiro, CEFET/RJ, Rio de Janeiro 20271-110, Brazil; alexluizp@gmail.com (A.L.P.); jorgesouzanetto@gmail.com (J.S.S.N.); danielkkc@gmail.com (D.K.K.C.)
* Correspondence: mdbanea@gmail.com

Received: 2 March 2020; Accepted: 7 April 2020; Published: 9 April 2020



Abstract: The main objective of this work was to investigate the effect of hybridization on the mechanical and thermal properties of intralaminar natural fiber-reinforced hybrid composites based on sisal. Ramie, sisal and curauá fibers were selected as natural fiber reinforcements for the epoxy matrix based composites, which were produced by the hand lay-up technique. Tensile, flexural and impact tests were carried out according to American society for testing and materials (ASTM) standards to characterize the hybrid composites, while differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analysis (TGA) were used to evaluate the thermal properties. It was found that the mechanical properties are improved by hybridization of sisal based composites. The thermal analysis showed that the hybridization did not significantly affect the thermal stability of the composites. A scanning electron microscopy (SEM) was used to examine the fracture surface of the tested specimens. The SEM images showed a brittle fracture of the matrix and fiber breakage near the matrix.

Keywords: hybrid composite; intralaminar; mechanical characterization; thermal analysis; sisal; ramie; curauá

1. Introduction

In the recent years, natural fiber-reinforced composites are seen as realistic alternatives to replace the synthetic- (i.e., glass) reinforced composites in many applications. The main reasons are the lower weight and relatively lower cost of natural fibers. However, natural fiber-reinforced composites vary greatly in their mechanical properties. The mechanical properties of composites (e.g., tensile, flexural and impact) are highly dependent on different factors such as fiber and matrix type, interfacial adhesion between fiber and matrix, fiber dispersion and orientation, processing, among others. By increasing their mechanical performance the capabilities and applications of natural fiber-reinforced composites can be greatly extended. One method to increase their performance is the hybridization. In this context, natural fiber-reinforced hybrid composites, which contain one or more types of fiber are gaining growing research interest [1–6]. Both natural and synthetic fibers can be used to produce hybrid composites [7]. For instance, the hybridization of natural/natural fibers in the composite can help due to the differences in cellulose content in the natural fibers, which has a significant influence on the mechanical properties of the composites. In addition, each fiber has its own distinctive characteristics necessary for a specific application.

The fibers used in this work were Sisal (*Agave sisalana*), Ramie (*Boehmeria nivea*) and Curauá (*Ananas erectifolius*), as these vegetable fibers are widely available in Brazil and are ecologically sustainable and viable. The applications of natural fiber-reinforced composites have increased intensely in the last years. Some examples of applications of natural fiber-reinforced composites in industry are construction and furniture industry, music instruments, protective materials (shin guards and helmets) in the sports

industry and secondary structures (such as door panels, dash boards, headliners and seat backs,) in the automotive industry [8–13].

Several researchers investigated the effects of hybridization on the mechanical and thermal properties of hybrid composites reinforced with different vegetable fibers (i.e., jute, curauá, sisal, ramie, coconut, sugar palm, etc.) or natural fibers combined with glass fibers [14–25]. For example, Almeida et al. [14] showed that hybrid composites in which 30 vol.% of glass fiber was replaced by curauá fiber was able to achieve similar results in terms of hardness, impact strength and dynamic mechanical properties. Ferreira et al. [15] investigated the mechanical properties of hybrid sisal/glass composites with inclusions of silica microparticles. The results showed an increase of tensile and flexural strength (by approximately 80%) of hybrid sisal/glass composite when compared to non-hybrid sisal composite. The incorporation of silica (5%) improves the mechanical performance of composites containing a larger volume of sisal fibers. Cavalcanti et al. [17] investigated the effect of hybridization on the mechanical properties of intralaminar hybrid epoxy composites based on jute. It was found that the tensile strength of jute+curauá and jute+sisal composites increased by approximately 77% and 68%, respectively, compared to non-hybrid jute composites. Giridharan [26] evaluated hybrid ramie/glass fiber (20%/80% and 30%/70%), epoxy composites by tensile, flexural and impact tests and found that the hybrid composites (30%/70%) exhibited better mechanical properties than non-hybrid composites. Chen et al. [27] examined the mechanical and water absorption behaviors of corn stalk/sisal fiber hybrid composites. It was showed that the hybridization with sisal fiber significantly enhanced the mechanical properties (flexural strength increased by 20% and tensile strength by 49.5%) but had little effect on water absorption. Boopalan et al. [18] studied the effect of hybridization on mechanical and thermal properties of jute and banana fiber-reinforced hybrid composites with different fiber percentages (100%/0%, 75%/25%, 50%/50%, 25%/75% and 0%/100%—jute and banana), by performing tensile, flexural, impact and thermal tests. It was found that addition of banana fiber in jute/epoxy composites of up to 50% by weight results in increasing the mechanical and thermal properties. Braga and Magalhães [23] studied the effect of hybridization on jute and glass fibers-reinforced composites and showed that hybridization had a positive effect on the mechanical properties (density, impact energy, tensile and flexural strength). Zin et al. [16] studied the thermal and mechanical properties of the hybrid composite of banana, pineapple and glass fiber reinforced epoxy matrix with different fiber volume fraction (30%, 40% and 50% in weight). Specimens of 40 wt % showed better flexural strength and offered optimum onset temperature degradation by TGA analysis.

Gupta and Srivastava [28,29] studied the dynamic mechanical and thermal properties of hybrid jute/sisal fiber reinforced epoxy composites and found a positive effect of hybridization in terms of dynamic mechanical and thermal properties. Storage modulus, loss modulus and T_g were found to be higher for hybrid composite having a higher percentage of jute fibers. Jarukumjorn and Suppakarn [30] investigated the thermal properties of glass/sisal fiber-reinforced polypropylene (PP) composite with different weight ratios of fibers and found that the decomposition temperature increased by increasing the glass fibers content in the composites.

Although, the effect of hybridization on the mechanical and thermal properties of natural fiber-reinforced composites was investigated by several researchers, most of the works were concentrated on interlaminar hybrid composites. However, the main objective of this work was to investigate the effect of hybridization on the mechanical and thermal properties of intralaminar natural fiber-reinforced hybrid composites based on sisal (i.e., Sisal+Ramie (S+R), Sisal+Curauá (S+C) and Sisal+Glass fiber (S+G) composites). Tensile, flexural and impact tests were performed for the mechanical characterization, while for the thermal analysis TGA and differential scanning calorimetry (DSC) techniques were used. Finally, the fracture surfaces of the tested specimens were examined using a scanning electron microscopy (SEM) analysis.

2. Experimental Details

2.1. Materials

The sisal fabric and ramie fibers were provided by Sisalsul (São Paulo, Brazil), the curauá fibers were supplied by the Federal Rural University of Amazonia (UFRA, Amazônia, Brazil) and the glass fibers were provided by Barracuda Advanced Composites (Rio de Janeiro, Brazil). The sisal fabric was used as a base fiber for the composites reinforcement. The approximate thickness and areal density of the sisal fabric were approximately 2.5 mm and 1313 g/m^2, respectively, according to the specifications of the supplier. The other fibers were stitched in the non-hybrid sisal mats. An epoxy resin, AR260/AH260, supplied by Barracuda Advanced Composites (Rio de Janiero, Brazil), was used as the matrix in this work.

The lignocellulose structure of vegetable fibers consists of three main polymers: cellulose, hemicellulose and lignin. The chemical compositions of the natural fibers vary according to the location, age, species, soil where it was cultivated, rainfall during growth and method of cultivation. The difference in chemical composition between natural fibers can result in different mechanical and thermal properties of the hybrid composites. Table 1 presents the chemical composition and mechanical properties of the natural fibers used in this work [19,21,23,31]. The properties of the glass fiber used were as follow: density (2.55 g/cm^3), tensile strength (2000–3500 MPa), Young's modulus (70–76 GPa) and elongation at break (1.8%–4.8%) [17,21].

Table 1. Chemical composition, physical and mechanical properties of the natural fibers studied [19,21,23,31].

Properties	Sisal	Ramie	Curauá
Density (g/cm^3)	1.30	1.20	1.33
Diameter (μm)	150 ± 1	95 ± 5	46 ± 13
Tensile strength (MPa)	398.48 ± 83.70	212.32 ± 7.28	1929.8 ± 249.5
Young's modulus (GPa)	61.99 ± 25.30	30.39 ± 10.80	87.23 ± 15.40
Elongation at break (%)	2.74 ± 0.70	2.62 ± 0.20	3.94 ± 0.60
Cellulose (wt %)	67–78	68.6–91	70.7–73.60
Hemicellulose (wt %)	10–14	5–16.60	9.9
Lignin (wt %)	8–11	0.6–0.70	7.5–11.10

2.2. Hybrid Fabric Production

The fibers used for reinforcement were in yarn form and were stitched in sisal fabric, with a mass fraction of approximately 60%/40% of sisal and other fibers, respectively. The finalized hybrid composite presents longitudinal reinforcement of the other fibers. A schematic drawing of the intralaminar configuration can be seen in Figure 1.

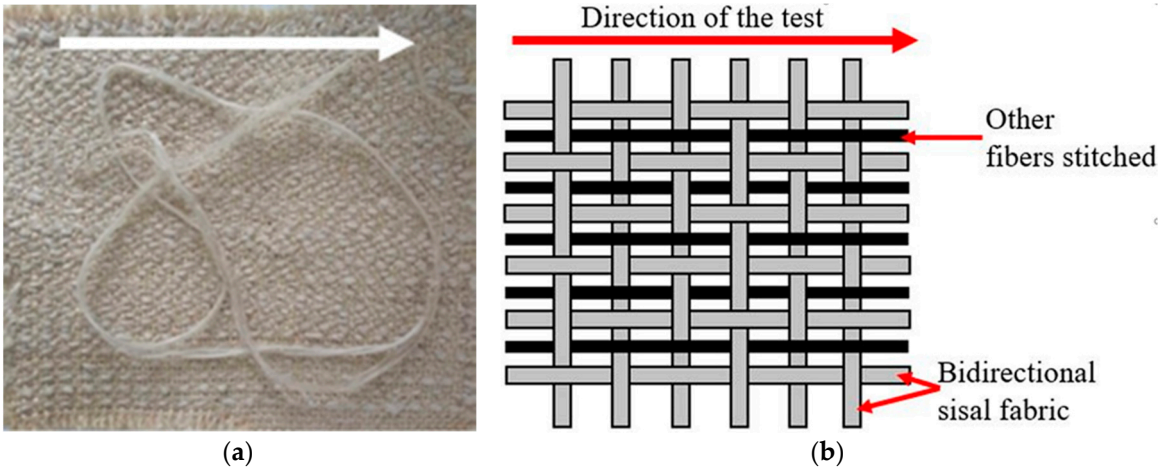


Figure 1. (**a**) Bidirectional sisal fabric and (**b**) schematic drawing of intralaminar configuration.

2.3. Composite Manufacture

The Sisal+Ramie (S+R), Sisal+Curauá (S+C) and Sisal+Glass (S+G) fiber-reinforced composites were fabricated by the hand lay-up technique using a metallic mold. The cure was performed in a Solab SL-20 hydraulic press (Piracicaba, São Paulo, Brazil), at 80 °C for 6 h. The total weight ratio used in the fabrication of the composites was approximately 30% of fibers and 70% of resin (AR260/AH260 resin was used at a weight proportion of 100 parts of resin for 26 parts of hardener).

2.4. Test Methods

2.4.1. Tensile Test

Tensile tests were performed according to ASTM D638 [32], on the EMIC universal testing machine with a load cell of 20 kN, available in the Mechanical Testing Laboratory of the CEFET/RJ (Campus Angra dos Reis, Brazil). The testing speed was 5 mm/min according to the ASTM standard. For the displacement measurements the Digital Image Correlation (DIC) method was used. Five specimens of dimensions 165 mm × 19 mm × 3 mm were tested for each composite type. All the tests were conducted at room temperature (23 °C) and 50% relative humidity. Figure 2 shows the experimental test set-up for the tensile test.

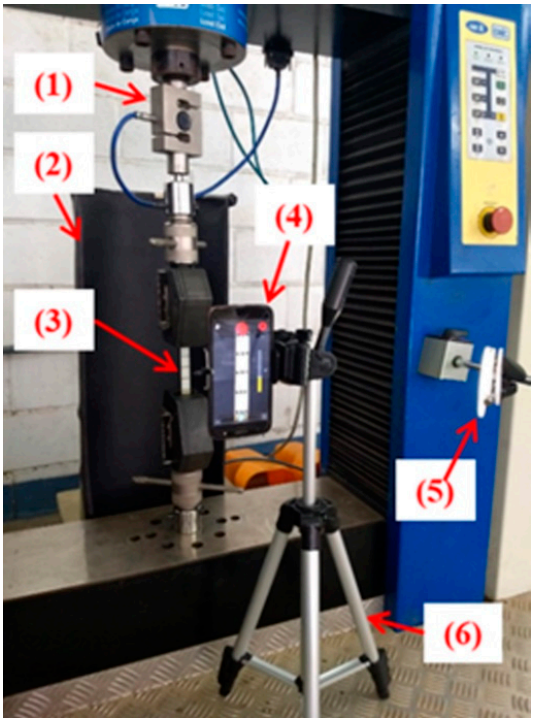


Figure 2. Tensile test set-up. (**1**) Load cell of 20 kN; (**2**) black cardboard to make a contrast in the background of the specimens; (**3**) tensile specimen; (**4**) digital camera of 13 MegaPixel; (**5**) lighting and (**6**) pedestal.

The DIC method is an optical-numerical procedure capable of determining displacement fields through a system that captures images of the specimen surfaces. These images were compared and the elongation was measured during the test. The advantage of this method is that the displacement field is measured without contact with the specimen [33].

2.4.2. Flexural Test

The flexural test was performed according to ASTM D790 [34], using the Instron® 5966 universal testing machine (Norwood, MA, USA) available in the Laboratory of Adhesives and Composites Materials (LADES) of CEFET/RJ Campus Maracanã. The testing speed was 1 mm/min according to ASTM D790-07 standard [34] and a load cell of 1 kN was used. Five specimens of dimensions 127 mm × 12.7 mm × 3 mm were used for each composite type. The span used was 104 mm. The tests were conducted at room temperature (23 °C) and 50% relative humidity. The specimens did not fail and the tests were stopped within 5% of the flexural deformation, according to the ASTM standard.

2.4.3. Impact Test

Impact tests were performed, according to ASTM D6110 [35] and ISO 179 [36], at room temperature (23 °C) and 50% relative humidity, on the INSTRON CEAST 9050 machine available in the Polymer Technology Laboratory (TECPOL) of the Polytechnic Institute of UERJ (IPRJ) (Friburgo, Brazil), with a hammer of 5.4 J. Five specimens of dimensions 110 mm × 12.7 mm × 3 mm were tested for each composite type.

2.4.4. Scanning Electron Microscopy (SEM) Analysis

The cross-sections of specimens were observed using a high-resolution scanning electron microscopy (SEM), FEI Inspect™ with a 20 KV voltage acceleration available in the Nanotechnology

Characterization Laboratory of the National Institute of Technology (CENANO/INT, Rio de Janeiro, Brazil). The samples were coated with a gold layer.

2.4.5. Thermogravimetric Analysis (TGA)

The TGA was carried out in a NETZSCH TG 209F3 Tarsus equipment available in the LADES (CEFET/RJ, Rio de Janeiro, Brazil). Each sample was tested in the temperature range of 30–600 °C at a constant rate of 10 °C min^{-1} under nitrogen (N_2) atmosphere. About 20 mg of each composite sample were used to make the measurements. ASTM E1131 standard was used [37].

2.4.6. Differential Scanning Calorimetry (DSC)

The temperature dependent transformations of the composite samples were carried out in a NETZSCH DSC 200F3 Maia equipment, available in the LADES (CEFET/RJ, Rio de Janeiro, Brazil). The experiment was conducted with a heating rate of 20 K min^{-1}, in the temperature range of 30–500 °C with a nitrogen (N_2) flux of 50 mL min^{-1}. About 20 mg of each sample were used. ASTM D3418 standard was used [38].

3. Experimental Results and Discussion

3.1. Mechanical Characterization

3.1.1. Tensile Test

Representative true tensile stress–strain curves are shown in Figure 3. From these curves the tensile data was calculated (i.e., tensile strength, the Young's modulus and tensile failure strain).

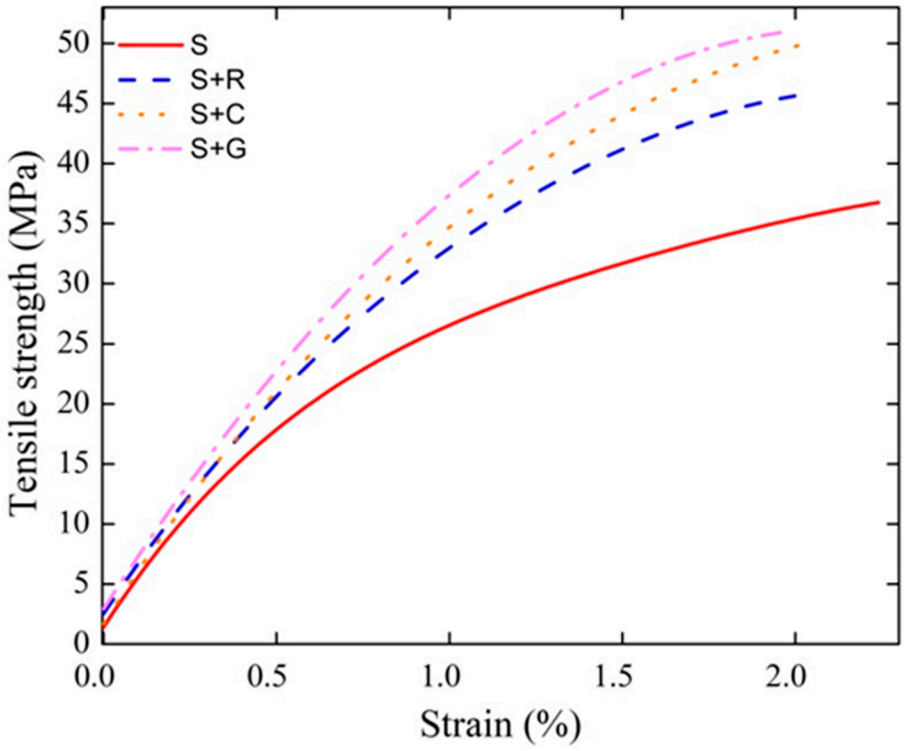


Figure 3. Representative tensile stress–strain curves as a function of hybridization.

Table 2 presents the tensile data obtained from the tensile tests of the hybrid composites studied. It can be seen that the hybridization process improved the tensile properties of all types of hybrid composites studied when compared to the non-hybrid sisal composite (S). For instance, the tensile

strength of S+R composites increased by 24.83% compared to S composite, while the tensile strength of S+C and S+G composites increased by 34.98% and 43.99%, respectively. It should be noted that S+C have relatively similar tensile properties as the S+G composite (50.01 ± 2.62 vs. 53.35 ± 4.04 MPa). The results are in agreement with the literature [17], where the hybridization of non-hybrid jute composites also provided an improvement of the tensile strength. It is well known that, in hybrid composites, the properties are primarily dependent on the elongation at break and the modulus of elasticity of the single reinforcing fibers. The mechanical properties of fibers (i.e., modulus and ultimate tensile strength) are related not only to the chemical composition of the fiber but also to its internal structure. The lower tensile properties of ramie compared to the curauá fibers as found in a previous study [21] explain the lower improvement in tensile strength of the S+R composite compared to S+C. On the other hand, the modulus of glass fiber is comparatively higher than that of the vegetable fibers used here, whereas the extensibility of glass is low compared to the sisal and curauá fibers [17].

Table 2. Tensile tests data.

Composites	Tensile Strength (MPa)	Young's Modulus (GPa)	Strain (%)
S	37.05 ± 2.78	4.20 ± 0.61	2.17 ± 0.27
S+R	46.25 ± 2.27	4.79 ± 0.60	2.10 ± 0.29
S+C	50.01 ± 2.62	5.55 ± 1.01	2.39 ± 0.14
S+G	53.35 ± 4.04	6.30 ± 1.41	2.20 ± 0.36

Similar to the tensile strength, the Young's modulus of the composites studied here was also affected by the hybridization. The Young's modulus increased by approximately 14.01% for S+R, by approximately 32.14% for S+C and 50.00% for S+G composites when compared to the non-hybrid sisal composites. The higher increase in Young's modulus of S+G composite was due to the higher modulus of glass fiber compared to the natural fibers.

The failure strain was also affected by the hybridization. It is known that in a hybrid composite, failure is directly related to the strain at break of the individual reinforcing fibers [39] and it was shown in the literature that the strain at break of the glass fiber (2.5%) is lower compared to the curauá fiber (4.5%) [40], which may explain the lower strain failure of S+G composites compared to S+C. These results are in agreement with the literature [19,23,31].

3.1.2. Flexural Test

Table 3 presents the data obtained from the flexural tests as a function of hybridization. In accordance to the ASTM D790 the tests were stopped within 5% of the flexural deformation, when the specimens did not fail. It can be seen that the flexural strength and modulus of the composites increase with the incorporation of fibers in the non-hybrid sisal composite. It is known that, in flexural testing, various mechanisms such as tension, compression and shearing take place simultaneously. In general, the flexural properties of composites are mainly determined by the compression properties of the upper layer and the tensile properties of the lower layer of the composite. For the cases studied here, the flexural strength increased due to the increased resistance to shearing of the hybrid composites compared to non-hybrid sisal composite [39,41].

Table 3. Flexural test data.

Composites	Flexural Strength (MPa)	Flexural Modulus (GPa)
S	52.1 ± 6.44	2.78 ± 0.49
S+R	71.8 ± 9.80	3.91 ± 0.43
S+C	79.0 ± 0.74	4.39 ± 0.71
S+G	82.6 ± 4.77	4.54 ± 0.23

The flexural strength of S+R composites increased by approximately 37.81% compared to non-hybrid sisal composites, while S+C and S+G presented an increase by approximately 51.63% and 58.54%, respectively. As expected, the S+G composite presented the best flexural strength (82.6 ± 4.77 MPa), which is explained by the better adhesion of synthetic fiber to epoxy matrices [41]. Cavalcanti et al. [17] also found that the jute + glass fiber composite presented the best flexural strength (166.92 ± 35.33 MPa), compared to jute + sisal and jute +curauá composites.

The flexural modulus was also affected by the hybridization. The flexural modulus of S+R composites increased by approximately 40.64% compared to non-hybrid sisal composites, while S+C and S+G presented an increase by approximately 57.91% and 63.31%, respectively.

3.1.3. Impact Test

Table 4 presents the data obtained from the impact tests. It is well known that the impact strength of the composite depends on the properties of the individual fibers used for the preparation of hybrid intralaminar composite laminates and on the interfacial adhesion between fiber and matrix. For the S+C composites an increase of impact resistance of approximately 47.28% was found, while for S+G composites an increase of approximately 50.90% was observed, when compared to non-hybrid sisal composites. Ramesh et al. [42] also reported an increased impact strength due to the hybridization with glass and jute fiber into the sisal composites. Cavalcanti et al. [17] studied the effect of hybridization on the impact properties of intralaminar hybrid epoxy composites based on the jute and found that the energy absorption of jute + sisal and jute + curauá hybrid composites presented values close to those of the jute + glass fiber composites.

Table 4. Impact tests data.

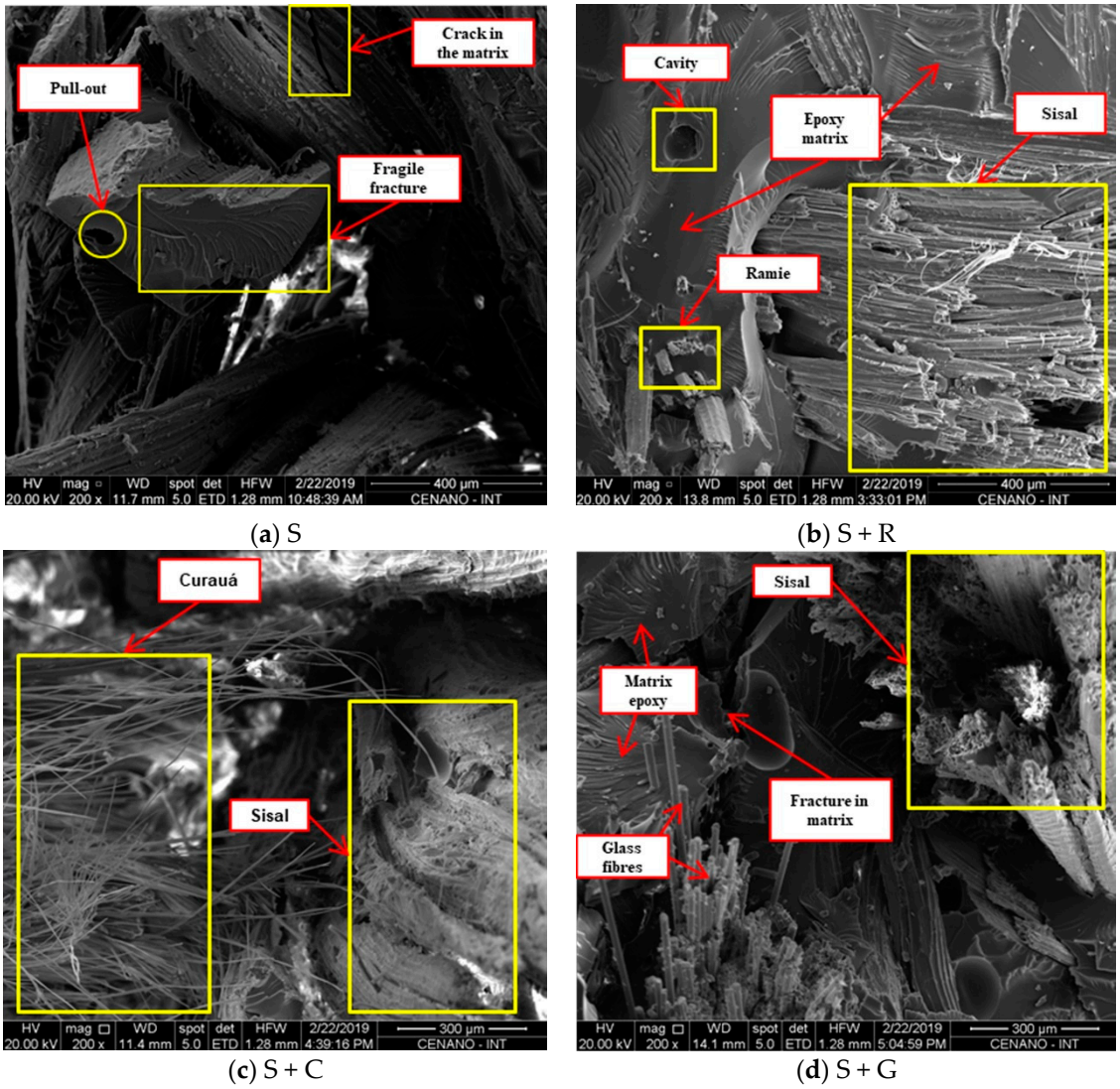
Composites	Impact Resistance (J/m)
S	506.1 ± 69.40
S+R	519.2 ± 50.26
S+C	745.4 ± 37.54
S+G	763.7 ± 46.81

On the other hand, S+R composites presented an insignificant increase of impact resistance (i.e., 2.59%) when compared to the non-hybrid sisal composites. This may be explained by the fact that the impact strength of the composite depends on the properties of the individual fibers used for preparation of hybrid intralaminar composites [43]. Lima et al. [21] found that the tensile strength of ramie was 212.38 MPa, while for the sisal it was 398.48 MPa. They also showed that the diameter of ramie fiber (95 ± 5 μm) was smaller compared to sisal fiber (150 ± 1 μm), which may explain the lower increase in impact strength compared to other fibers used.

3.1.4. SEM Analysis

SEM images of the tensile and impact fractured surfaces were taken to analyze the fiber–matrix interaction and the fracture behavior.

Figure 4 shows the fracture surface of the tensile specimens as a function of hybridization. A brittle fracture of the matrix and fiber breakage near the matrix could be observed. It is known that the fracture of fibers is common in composites with strong interfacial bond. It can be seen that some fibers were released by the "pull-out" mechanism, which might indicate the lack of fiber/matrix adhesion (Figure 4a) and other fibers were broken close to the matrix (Figure 4b,d). The presence of some voids can be also observed.

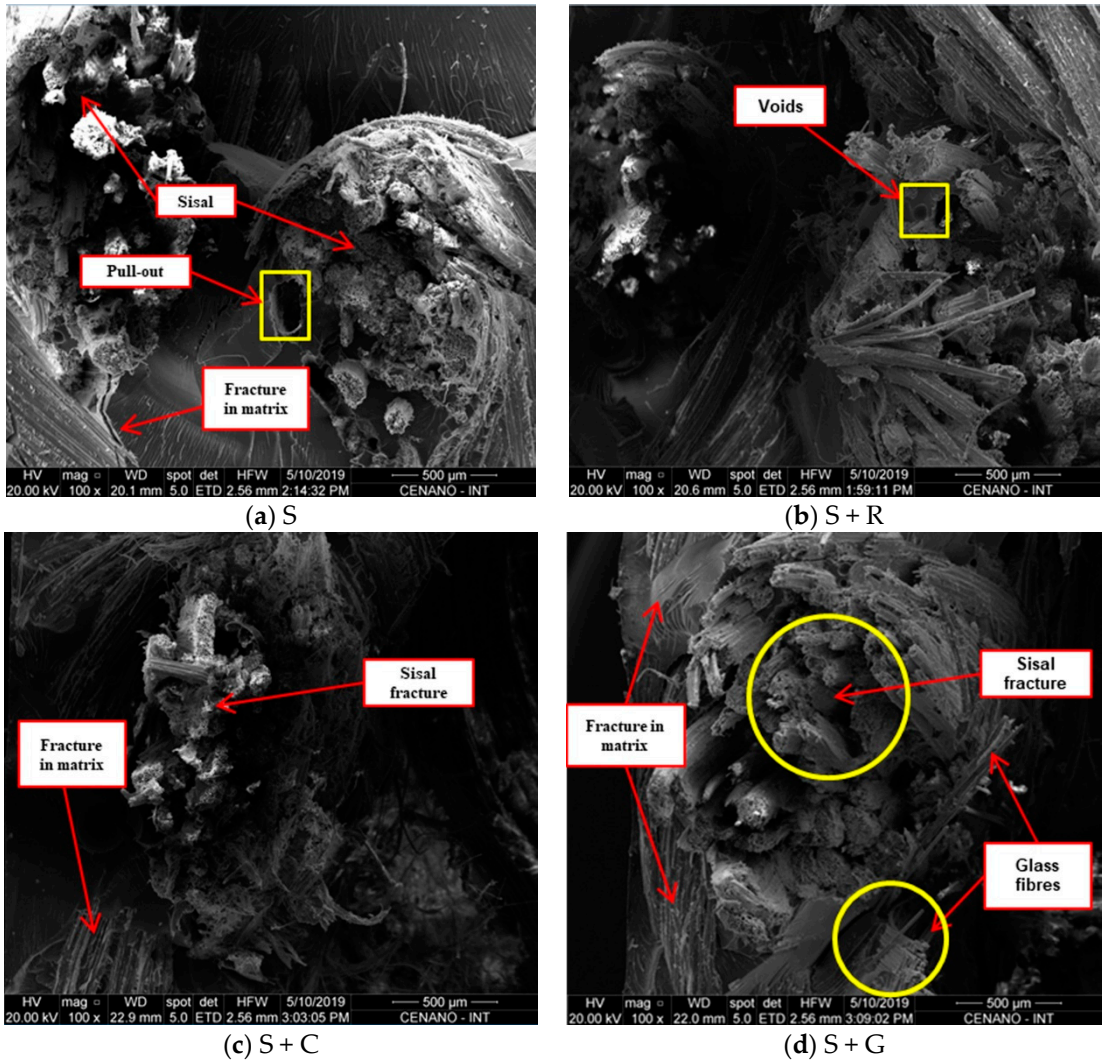


(**a**) S (**b**) S + R

(**c**) S + C (**d**) S + G

Figure 4. SEM images of fracture surface of tensile specimens as a function of hybridization. (**a**) S; (**b**) S+R; (**c**) S+C and (**d**) S+G.

Figure 5 presents the fracture surface of impact test specimens. It is known that the impact energy is dissipated by debonding, fiber and/or matrix fracture and fiber pull out. Fiber fracture dissipates less energy compared to fiber pull out. The SEM images show evidence of fiber fracture and few voids can be seen in the matrix due to fiber pull-out. Fiber pull-out is a sign of a weak bond, while the fracture of fibers is common in composites with strong interfacial bond.



(**a**) S (**b**) S + R

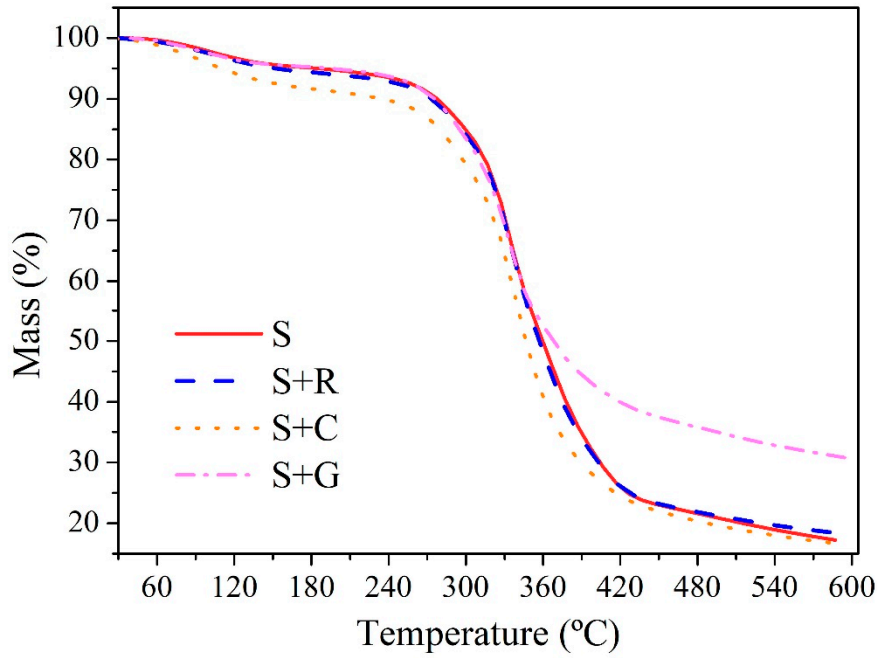
(**c**) S + C (**d**) S + G

Figure 5. SEM images of fracture surface of composites as a function of hybridization after the impact tests (**a**) S; (**b**) S+R; (**c**) S+C and (**d**) S+G.

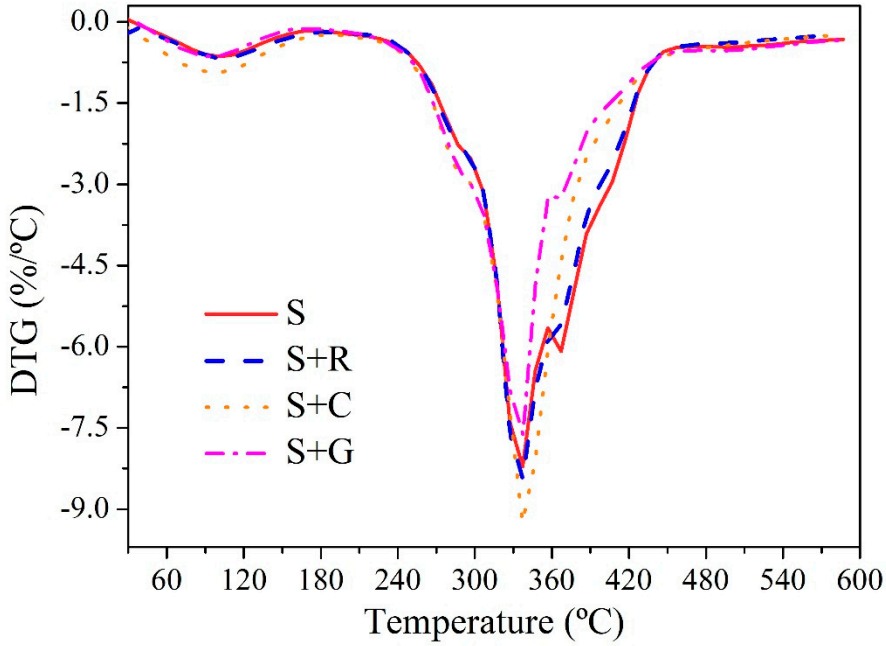
3.2. Thermal Analysis

3.2.1. Thermogravimetric Analysis (TGA)

Thermogravimetric analysis (TGA) measurements were performed to obtain information on the thermal stability of the composites. Figure 6 shows the composite thermal degradation as a function of hybridization. It is well known that when the material is degraded, it loses mass in the form of volatiles [31]. From Figure 6a it can be seen that the TG curves showed similar tendencies. It should be noted that the S+G composites show low mass loss at higher temperatures when compared to natural hybrid composites. This was expected, since the decomposition temperature of glass fibers is higher compared to the decomposition temperature of the natural fibers.



(**a**)



(**b**)

Figure 6. Thermal analysis typical curves for the hybrid composites: (**a**) TG and (**b**) DTG.

From a practical point of view, the thermal stability of the natural fiber composites is related to the onset of a massive weight loss. This is clearly observed as a sharp downward inclination in the TG curve, which can be observed at 240–420 °C in Figure 6a.

Figure 6b shows the DTG curves for sisal based hybrid composites, where two main stages of decomposition could be observed: a first stage with a slight mass loss in the range of 30–150 °C due to the release of humidity retained in the fibers and a second stage, which occurred between 260

and 420 °C due to the pyrolysis process. This second stage is also, where the main lignocellulosic constituents of the fibers thermal degradation occurs (270–350 °C) [44]. The major degradation peaks appeared at 337 °C and they were almost the same for pure sisal and the hybrid composites investigated here. S+G composites revealed lower speed of mass loss compared to the other samples. Gañán et al. [44] showed TG/DTG curves for epoxy (DGEBA/TETA) composites reinforced with 30 wt % of sisal fibers with different surface treatments of the fibers (i.e., untreated or mercerized, silanized or silanized with previous mercerization). They showed that the composites present a region at 210–350 °C associated with the sisal fiber constituents' decomposition.

3.2.2. DSC

The DSC measures the temperature and heat flux associated with material transitions as a function of temperature and time. Qualitative and quantitative information on physical and chemical changes involving endothermic (heat absorption) and exothermic (heat released) processes is provided by this technique. The exothermic and endothermic peaks, and magnitudes indicate the thermal phase transformation of the composites [45,46].

Figure 7 presents the DSC curves for the hybrid composites studied, where two events predominated (endothermic and exothermic). The endothermic peak appeared from room temperature to 140 °C and is related to the dehydration process of the composite samples [30,45]. The S+R and S+C composites presented a slightly lower endothermic peak value compared to non-hybrid S composites (approximately 136.5 and 137.8 compared to 140.5 °C). This can be explained by the fact that composites with higher natural fiber content shows a higher water absorption [5]. Furthermore, the exothermic peak found around 365 °C is attributed to the decomposition of cellulose/lignin and the matrix [47–49].

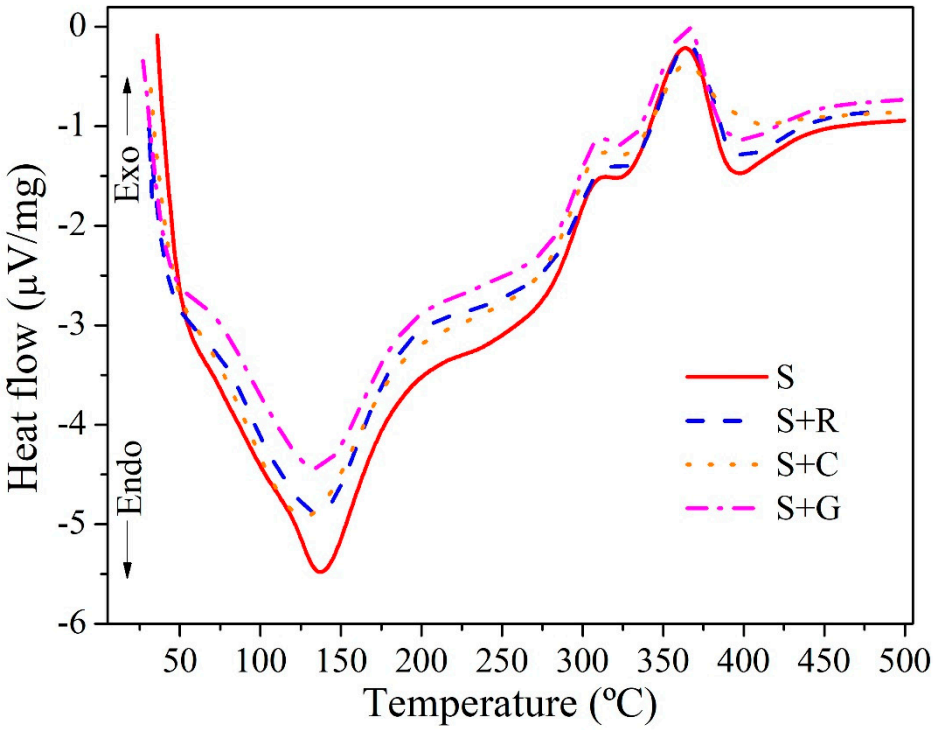


Figure 7. Differential scanning calorimetry (DSC) curves of composites as a function of hybridization.

The DSC data for each composite as a function of hybridization is shown in Table 5.

Table 5. DSC data of the composites studied.

Composite	Endothermic Peak (°C)	Exothermic Peak (°C)
S	140.5	362.9
S+R	136.5	364.2
S+C	137.8	367.6
S+G	144.2	365.5

4. Conclusions

In this research, the effects of hybridization on the mechanical and thermal properties of natural intralaminar hybrid composites based on sisal were investigated. The following conclusions can be drawn:

- The hybridization process improved the tensile properties of the non-hybrid sisal fiber based composites. For S+C and S+G composites, the increase in tensile strength was by 34.98% and 43.99%, respectively, compared to non-hybrid sisal composites, while for S+R composite the improvement in strength was by approximately 24.83%. The Young's modulus increased for S+R (by approximately 14.01%), S+C (by approximately 32.14%) and S+G (by approximately 50.00%) composites when compared to the non-hybrid sisal composites.
- The flexural strength and modulus of the hybrid composites were also affected by the incorporation of fibers. S+C and S+G composites had a flexural strength increase of approximately 51.63% and 58.54%, respectively, compared to non-hybrid sisal composites, while for S+R composite the increase in flexural strength was by approximately 37.81%. The best flexural modulus was found for the S+G composite (an increase by approximately 63.31% compared to non-hybrid sisal composites).
- The hybridization improved the impact properties for S+C (an increase of approximately 47.28%) and S+G composites (an increase of approximately 50.90%), while the impact resistance of S+R had an insignificant increase (approximately 2.59%) when compared to non-hybrid sisal composites.
- The SEM analysis showed a brittle fracture of the epoxy matrix and fibers breakage near the matrix.
- The DTG curves showed two main stages of decomposition: a first stage with a slight mass loss in the range of 30–150 °C due to the removal of the moisture from the composites and a second stage, which occurs between 240 and 420 °C due to the pyrolysis process. The major degradation peak appears from the DTG plots to occur at around 337 °C for all composites. This shows that the hybridization did not affected the thermal stability of the composites.
- The DSC analysis showed that the S+R and S+C composites presented a slightly lower endothermic peak value compared to non-hybrid S.

Natural fibers can be combined to produce hybrid composites, which take full advantage of the best properties of each component. Hybrid natural fiber-reinforced composites have a potential to replace glass fiber-reinforced composites in applications that do not require very high load bearing capabilities.

Author Contributions: Investigation, A.L.P.; Methodology, J.S.S.N.; Supervision, M.D.B.; Validation, M.D.B. and D.K.K.C.; Writing—original draft, A.L.P.; Writing—review & editing, M.D.B. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research was funded by Conselho nacional de desenvolvimento científico e tecnológico (CNPq), grant number: 308478/2017-7; 424499/2016-9 and Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ): grant number E_10/245.202/2019.

Acknowledgments: Authors would like to acknowledge Federal Rural University of Amazonia (UFRA) for the donation of Curauá fibers, Polymer Technology Laboratory (TECPOL) of the Polytechnic Institute of UERJ Friburgo (IPRJ/UERJ) and the Nanotechnology Characterization Center of the National Institute of Technology (CENANO/INT) for providing support to some tests.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

References

1. Faruk, O.; Bledzki, A.K.; Fink, H.-P.; Sain, M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Prog. Polym. Sci.* **2012**, *37*, 1552–1596. [CrossRef]
2. John, M.J.; Thomas, S. Biofibres and biocomposites. *Carbohydr. Polym.* **2008**, *71*, 343–364. [CrossRef]
3. de Queiroz, H.; Banea, M.D.; Cavalcanti, D. Experimental analysis of adhesively bonded joints in synthetic-and natural fibre-reinforced polymer composites. *J. Compos. Mater.* **2020**, *54*, 1245–1255. [CrossRef]
4. Dong, C. Review of natural fibre-reinforced hybrid composites. *J. Reinf. Plast. Compos.* **2018**, *37*, 331–348. [CrossRef]
5. Sahu, P.; Gupta, M. Sisal (Agave sisalana) fibre and its polymer-based composites: A review on current developments. *J. Reinf. Plast. Compos.* **2017**, *36*, 1759–1780. [CrossRef]
6. Feng, Y.; Shen, H.; Qu, J.; Liu, B.; He, H.; Han, L. Preparation and properties of PBS/sisal-fiber composites. *Polym. Eng. Sci.* **2011**, *51*, 474–481. [CrossRef]
7. Swolfs, Y.; Gorbatikh, L.; Verpoest, I. Fibre hybridisation in polymer composites: A review. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **2014**, *67*, 181–200. [CrossRef]
8. Gurunathan, T.; Mohanty, S.; Nayak, S.K. A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **2015**, *77*, 1–25. [CrossRef]
9. Ramzy, A.; Beermann, D.; Steuernagel, L.; Meiners, D.; Ziegmann, G. Developing a new generation of sisal composite fibres for use in industrial applications. *Compos. Part B Eng.* **2014**, *66*, 287–298. [CrossRef]
10. Li, Y.; Mai, Y.-W.; Ye, L. Sisal fibre and its composites: A review of recent developments. *Compos. Sci. Technol.* **2000**, *60*, 2037–2055. [CrossRef]
11. Zah, R.; Hischier, R.; Leão, A.L.; Braun, I. Curauá fibers in the automobile industry–a sustainability assessment. *J. Clean. Prod.* **2007**, *15*, 1032–1040. [CrossRef]
12. Safri, S.N.A.; Sultan, M.T.H.; Jawaid, M.; Jayakrishna, K. Impact behaviour of hybrid composites for structural applications: A review. *Compos. Part B Eng.* **2018**, *133*, 112–121. [CrossRef]
13. Yu, H.N.; Kim, S.S.; Hwang, I.U. Application of natural fiber reinforced composites to trenchless rehabilitation of underground pipes. *Compos. Struct.* **2008**, *86*, 285–290. [CrossRef]
14. Almeida, J.H.S., Jr.; Amico, S.C.; Botelho, E.C.; Amado, F.D.R. Hybridization effect on the mechanical properties of curaua/glass fiber composites. *Compos. Part B Eng.* **2013**, *55*, 492–497. [CrossRef]
15. Ferreira, B.T.; da Silva, L.J.; Panzera, T.H.; Santos, J.C.; Freire, R.T.S.; Scarpa, F. Sisal-glass hybrid composites reinforced with silica microparticles. *Polym. Test.* **2019**, *74*, 57–62. [CrossRef]
16. Zin, M.H.; Abdan, K.; Norizan, M.N. The effect of different fiber loading on flexural and thermal properties of banana/pineapple leaf (PALF)/glass hybrid composite. In *Structural Health Monitoring of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands, 2019; pp. 1–17.
17. Cavalcanti, D.; Banea, M.D.; Neto, J.; Lima, R.; da Silva, L.F.M.; Carbas, R. Mechanical characterization of intralaminar natural fibre-reinforced hybrid composites. *Compos. Part B Eng.* **2019**, *175*, 107149. [CrossRef]
18. Boopalan, M.; Niranjanaa, M.; Umapathy, M. Study on the mechanical properties and thermal properties of jute and banana fiber reinforced epoxy hybrid composites. *Compos. Part B Eng.* **2013**, *51*, 54–57. [CrossRef]
19. Prasanna Venkatesh, R.; Ramanathan, K.; Srinivasa Raman, V. Tensile, flexual, impact and water absorption properties of natural fibre reinforced polyester hybrid composites. *Fibres Text. East. Eur.* **2016**, *24*, 90–94. [CrossRef]
20. Zhang, Y.; Li, Y.; Ma, H.; Yu, T. Tensile and interfacial properties of unidirectional flax/glass fiber reinforced hybrid composites. *Compos. Sci. Technol.* **2013**, *88*, 172–177. [CrossRef]
21. Lima, R.; Cavalcanti, D.K.; da Costa, H.M.; Banea, M.D. Effect of surface treatments on interfacial properties of natural intralaminar hybrid composites. *Polym. Compos.* **2020**, *41*, 314–325. [CrossRef]
22. Budhe, S.; de Barros, S.; Banea, M.D. Theoretical assessment of the elastic modulus of natural fiber-based intra-ply hybrid composites. *J. Braz. Soc. Mech. Sci. Eng.* **2019**, *41*, 263. [CrossRef]
23. Braga, R.; Magalhaes, P., Jr. Analysis of the mechanical and thermal properties of jute and glass fiber as reinforcement epoxy hybrid composites. *Mater. Sci. Eng. C* **2015**, *56*, 269–273. [CrossRef] [PubMed]
24. Radzi, A.; Sapuan, S.; Jawaid, M.; Mansor, M. Water absorption, thickness swelling and thermal properties of roselle/sugar palm fibre reinforced thermoplastic polyurethane hybrid composites. *J. Mater. Res. Technol.* **2019**, *8*, 3988–3994. [CrossRef]

25. Atiqah, A.; Jawaid, M.; Sapuan, S.; Ishak, M.; Alothman, O.Y. Thermal properties of sugar palm/glass fiber reinforced thermoplastic polyurethane hybrid composites. *Compos. Struct.* **2018**, *202*, 954–958. [CrossRef]
26. Giridharan, R. Preparation and property evaluation of Glass/Ramie fibers reinforced epoxy hybrid composites. *Compos. Part B Eng.* **2019**, *167*, 342–345. [CrossRef]
27. Chen, J.; Zou, Y.; Ge, H.; Cui, Z.; Liu, S. Mechanical and water absorption behaviors of corn stalk/sisal fiber-reinforced hybrid composites. *J. Appl. Polym. Sci.* **2018**, *135*, 46405. [CrossRef]
28. Gupta, M.; Srivastava, R. Tribological and dynamic mechanical analysis of epoxy based hybrid sisal/jute composite. *Indian J. Eng. Mater. Sci.* **2016**, *23*, 17–44.
29. Gupta, M. Thermal and dynamic mechanical analysis of hybrid jute/sisal fibre reinforced epoxy composite. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part L J. Mater. Des. Appl.* **2018**, *232*, 743–748. [CrossRef]
30. Jarukumjorn, K.; Suppakarn, N. Effect of glass fiber hybridization on properties of sisal fiber–polypropylene composites. *Compos. Part B Eng.* **2009**, *40*, 623–627. [CrossRef]
31. Neto, J.; Lima, R.; Cavalcanti, D.; Souza, J.; Aguiar, R.; Banea, M.D. Effect of chemical treatment on the thermal properties of hybrid natural fiber-reinforced composites. *J. Appl. Polym. Sci.* **2019**, *136*, 47154. [CrossRef]
32. *ASTM D638: Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*; ASTM Int.: West Conshohocken, PA, USA, 2002.
33. Sharpe, W.N. *Springer Handbook of Experimental Solid Mechanics*; Springer Science & Business Media: Berlin/Heidelberg, Germany, 2008.
34. *ASTM D790-07: Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials*; ASTM Int.: West Conshohocken, PA, USA, 2007.
35. *ASTM D6110-04: Standard Test Method for Determining the Charpy Impact Resistance of Notched Specimens of Plastics*; ASTM Int.: West Conshohocken, PA, USA, 2004.
36. *ISO 179-1: Plastics—Determination of Charpy Impact Properties*; ISO: Geneva, Switzerland, 2010.
37. *ASTM E1131: Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry*; ASTM Int.: West Conshohocken, PA, USA, 2003.
38. *ASTM D3418: Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers by Differential Scanning Calorimetry*; ASTM Int.: West Conshohocken, PA, USA, 2015.
39. Mishra, S.; Mohanty, A.; Drzal, L.; Misra, M.; Parija, S.; Nayak, S.; Tripathy, S. Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. *Compos. Sci. Technol.* **2003**, *63*, 1377–1385. [CrossRef]
40. Tomczak, F.; Satyanarayana, K.G.; Sydenstricker, T.H.D. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil: Part III–Morphology and properties of Brazilian curauá fibers. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* **2007**, *38*, 2227–2236. [CrossRef]
41. Ornaghi, H.L., Jr.; da Silva, H.S.P.; Zattera, A.J.; Amico, S.C. Hybridization effect on the mechanical and dynamic mechanical properties of curaua composites. *Mater. Sci. Eng. A* **2011**, *528*, 7285–7289. [CrossRef]
42. Ramesh, M.; Palanikumar, K.; Hemachandra Reddy, K. Impact behaviour analysis of Sisal/Jute and Glass fiber reinforced hybrid composites. *Adv. Mater. Res.* **2014**, *984*, 266–272. [CrossRef]
43. Papa, I.; Ricciardi, M.; Antonucci, V.; Pagliarulo, V.; Lopresto, V. Impact behaviour of hybrid basalt/flax twill laminates. *Compos. Part B Eng.* **2018**, *153*, 17–25. [CrossRef]
44. Gañán, P.; Garbizu, S.; Llano-Ponte, R.; Mondragon, I. Surface modification of sisal fibers: Effects on the mechanical and thermal properties of their epoxy composites. *Polym. Compos.* **2005**, *26*, 121–124. [CrossRef]
45. Saw, S.K.; Datta, C. Thermo mechanical properties of jute/bagasse hybrid fibre reinforced epoxy thermoset composites. *BioResources* **2009**, *4*, 1455–1475.
46. Aji, I.; Zainudin, E.; Khalina, A.; Sapuan, S.; Khairul, M. Thermal property determination of hybridized kenaf/PALF reinforced HDPE composite by thermogravimetric analysis. *J. Therm. Anal. Calorim.* **2011**, *109*, 893–900. [CrossRef]
47. Sen, A.; Kumar, S. Coir-fiber-based fire retardant nano filler for epoxy composites. *J. Therm. Anal. Calorim.* **2010**, *101*, 265–271. [CrossRef]

48. Albano, C.; Gonzalez, J.; Ichazo, M.; Kaiser, D. Thermal stability of blends of polyolefins and sisal fiber. *Polym. Degrad. Stabil.* **1999**, *66*, 179–190. [CrossRef]
49. Lee, S.-H.; Wang, S. Biodegradable polymers/bamboo fiber biocomposite with bio-based coupling agent. *Compos. A Appl. Sci. Manuf.* **2006**, *37*, 80–91. [CrossRef]



© 2020 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).

ANEXO B – A. L. Pereira; M. D. Banea; A. B. Pereira. Effect of intralaminar hybridization on mode I fracture toughness of natural fiber-reinforced composites. J. Braz. Soc. Mech. Sci. Eng. 2020, 42:451.

Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering (2020) 42:451
https://doi.org/10.1007/s40430-020-02525-w

TECHNICAL PAPER

Effect of intralaminar hybridization on mode I fracture toughness of natural fiber-reinforced composites

A. L. Pereira[1,2] · M. D. Banea[1] · A. B. Pereira[2]

Received: 2 May 2020 / Accepted: 24 July 2020
© The Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering 2020

Abstract
The main objective of this work was to investigate the effect of intralaminar hybridization on the mode I fracture toughness of epoxy composites based on jute and sisal fabrics. Four types of composites were produced by the hand layup technique: sisal (S), sisal + curauá (S + C), jute (J) and jute + curauá (J + C). Double cantilever beam (DCB) tests were performed, and the modified beam theory (MBT) method and three different data criteria (i.e. the deviation from linearity (NL), the 5% offset/maximum load (5%/Max) and visual observation (VIS)) were used to evaluate the mode I fracture toughness (G_{Ic}). It was found that the G_{Ic} of S + C and J + C composites increased by hybridization of pure sisal and jute fabrics and that the intralaminar hybridization limited the crack propagation. An X-ray microcomputed tomography (μCT) equipment was used to visualize the delamination and the form of the front of cracks inside the hybrid composites.

Keywords Intralaminar hybridization · Mode I fracture toughness · DCB tests · Curauá fiber · Jute fabric · Sisal fabric

1 Introduction

Because of the growing concern with the environment, research and applications on sustainable materials are increasing in the academic and industrial areas. In this sense, vegetal fibers are being used as reinforcement in composites due to several factors: they are not expensive, have low density, low environmental impact, are recyclable, stimulate the economy of regions, are ecologically sustainable and able to be supplied in high quantities [1–3]. An added advantage of vegetal fibers is that in some applications, they can be an alternative in replacing synthetic fibers such as glass fiber [4–6]. Some applications of natural fiber-reinforced composites (NFRCs) in industry are construction and furniture, music instruments, protective materials (shin guards and helmets) in the sports industry and secondary structures (such as door panels, dash boards, headliners and seat backs) in the automotive industry [2, 7–12]. However, the applications of NFRCs are still limited to nonstructural parts because of a number of disadvantages, such as variation in their mechanical properties, fiber–matrix adhesion (hydrophilic characteristics of the vegetal fibers) and low moisture resistance [13].

There are different methods to improve the mechanical properties of NFRCs, such as surface modification, blending, compatibilization, addition of nanoparticles and hybridization (i.e., combination of two or more different types of natural or synthetic fibers in one matrix) [14]. The effects of hybridization on the mechanical properties of NFRCs were studied in the literature [15–21]. For instance, Cavalcanti et al. [15] investigated the effect of hybridization and fibers treatment on the mechanical properties of intralaminar hybrid epoxy composites based on jute. An increase in the tensile strength of jute + curauá and jute + sisal composites by approximately 77% and 68% compared to nonhybrid jute composites was found. Braga and Magalhães [16] studied the effect of hybridization on jute and glass fibers-reinforced composites and showed that hybridization had a positive effect on the mechanical properties of the composites. More recently, Pereira et al. [17] studied the mechanical and thermal properties of intralaminar hybrid epoxy composites

Technical Editor: João Marciano Laredo dos Reis.

✉ A. L. Pereira
alexluizp@gmail.com

✉ M. D. Banea
mdbanea@gmail.com

[1] Federal Center of Technological Education in Rio de Janeiro, CEFET/RJ, Rio de Janeiro 20271-110, Brazil

[2] Centre for Mechanical Technology and Automation (TEMA), University of Aveiro, Campus Santiago, 3810-193 Aveiro, Portugal

Published online: 07 August 2020

based on sisal fabric. The woven sisal fabrics were reinforced with ramie, curauá and glass fibers. It was found that the tensile strength of sisal + ramie, sisal + curauá and sisal + glass fiber hybrid composites increased by 24.83%, 34.98% and 43.99%, respectively, compared to nonhybrid sisal composite. The thermal analysis showed that the hybridization did not significantly affect the thermal stability of the composites.

The hybridization method can increase the use of NFRCs in structural applications. However, additional studies must be carried out, such as the fracture characterization of NFRCs [22, 23]. It was shown in the literature that the fracture toughness is mostly based on the matrix properties and that the formation of a larger resin-rich zone in front of insert film results in higher fracture toughness values in composites. The fiber bridging also acts as a dominant factor in this aspect, and a higher fiber bridging ensures higher fracture toughness, specifically during mode I loading [23, 25]. Pereira et al. [24] investigated the mode I fracture toughness of glass fabric/epoxy multidirectional laminates using the ASTM D5528 standard [25]. They used the modified beam theory (MBT) method and three different criteria to evaluate the mode I fracture toughness (G_{Ic}). Double cantilever beam (DCB) specimens were used, and they found that the G_{Ic} of the θ/-θ specimens was higher compared to 0/0 specimens. Reis et al. [26] investigated the effect of strain rate (2, 20 and 200 mm/min) on the G_{Ic} of glass fiber-reinforced polyurethane composites with different thicknesses (1.32, 3.3 and 6.6 mm) using the ASTM D5528 standard. They showed that strain rate and thicknesses influenced the values of G_{Ic}, i.e., higher thicknesses and strain rates provide higher values for G_{Ic}. However, it is important to emphasize that at the moment there is no specific standard for mode I fracture toughness tests of NFRCs.

There are a number of studies in the literature that focus on fracture characterization of NRFCs [27–30]. Nasuha et al. [27] reviewed some of these studies on hybridization of composites (e.g., silanized jute/epoxy, carbon/epoxy, silk/polyester, E-glass/vinyl ester, etc.) using different layers and stacking sequence. They observed that as the number of layers is increased, the stiffness of the composite and the fracture toughness also increased. They also showed that the glass and carbon fiber gives lower interlaminar fracture toughness in comparison with natural fiber such as flax, jute and silk. This was explained by the fact that the structure of the fibers has a large effect on the interlaminar fracture toughness of the composites. (The structure of the fibers can lead to an improvement in fiber bridging and consequently increase the interlaminar fracture toughness.) Almansour et al. [28] investigated the effect of water absorption on mode I fracture toughness of hybrid flax/basalt vinyl ester composites using three configurations of hybrid composites (i.e. flax/vinyl ester, flax/basalt vinyl ester (unstitched) and flax/basalt vinyl (stitched)). It was demonstrated that the hybridization with basalt fibers had a positive effects on the durability, moisture resistance and fracture toughness of the composites. Chen et al. [29] investigated the mode I fracture toughness of bamboo fiber composites as a function of different proportions of bamboo fiber and showed that the intrinsic toughening was the principal toughening mechanism for bamboo when the composite was subjected to mode I interlaminar fracture. However, it appears that both intrinsic and extrinsic mechanisms are the cause of increasing of the fracture toughness when the bamboo strips are thin and subjected to a radial–longitudinal cracking. Ravandi et al. [30] studied the effects of stitching on the mode I fracture toughness using flax and cotton fibers in epoxy composites using the DCB test and showed that the sewing is a promising method to improve the fracture toughness of hybrid natural composites.

Although the effects of hybridization on the mode I fracture toughness of natural fiber-reinforced composites were investigated by several researchers, most of the works were concentrated on interlaminar hybrid composites. However, the main objective of this work was to investigate the effect of intralaminar hybridization on mode I fracture toughness of epoxy composites based on jute and sisal fabrics (i.e., jute + curauá (J + C), sisal + curauá (S + C), compared to nonhybrid jute (J) and sisal (S) composites). DCB tests were carried out, and an X-ray microcomputed tomography equipment was used to visualize the delamination and the form of the front of cracks inside the composites.

2 Experimental details

2.1 Materials

Bidirectional sisal and jute fabrics supplied by Sisalsul (São Paulo, Brazil) were used as a base of NFRCs. The approximate thickness for sisal fabric is approximately 2.5 mm and 0.8 mm for the jute fabric, respectively. The curauá fibers were provided by the Federal Rural University of Amazonia (UFRA, Amazonia, Brazil) and were stitched in the pure sisal and jute fabrics. The curauá fibers were chosen as their mechanical properties are close to glass fiber (synthetic) [6, 10]. A bicomponent epoxy resin AR260/AH260 supplied by Barracuda Advanced Composites (Rio de Janeiro, Brazil) was used as the matrix system in this research. The tensile strength of the epoxy matrix was found in a previous study as 28 ± 9.0 MPa [13]. The natural fibers were stored in dry and moisture-free place before preprocessing. An 80-μm-thick polytetrafluoroethylene (PTFE) film was used to generate the starter crack in the middle of reinforced panels out according to ASTM D5528 standard [25]. Figure 1 shows the vegetable fibers used in this work.

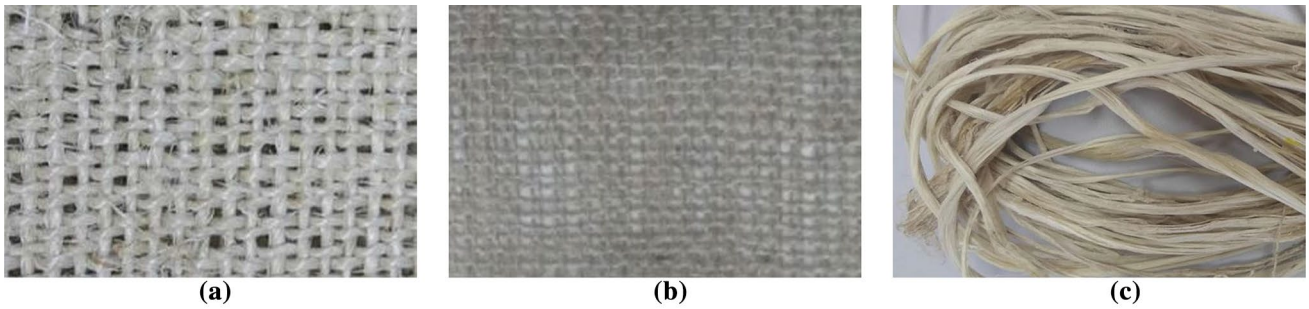


Fig. 1 **a** Bidirectional sisal fabric; **b** bidirectional jute fabric; and **c** curauá fiber

Table 1 Chemical composition, physical and mechanical properties of the reinforcement vegetable fibers [13, 31]

Properties	Sisal	Jute	Curauá
Density (g/cm^3)	1.30	1.15	1.33
Diameter (μm)	150 ± 1	66 ± 13	46 ± 13
Tensile strength (MPa)	398.5 ± 83.70	254.5 ± 80.30	1930 ± 249.5
Young's modulus (GPa)	61.99 ± 25.30	22.33 ± 10.10	87.23 ± 15.40
Elongation at break (%)	2.74 ± 0.70	2.52 ± 0.40	3.94 ± 0.60
Cellulose (wt%)	67–78	61.0–71.5	70.7–73.6
Hemicellulose (wt%)	10–14	13.6–20.4	9.9
Lignin (wt%)	8–11	12–13	7.5–11.1

Vegetal cell (i.e., lignocellulose structure) is formed by three main polymers: small (lignin) and larger fractions (hemicellulose and cellulose). The chemical composition, physical and mechanical properties of the single fibers can be seen in Table 1.

2.2 Hybridization

Hybridization consists of adding two or more different types of reinforcements (natural or synthetic fibers) in a matrix. It was shown in the literature that the final properties of hybrid composites are dependent on several factors, such as mechanical properties of each fiber, orientation and length of fiber in the matrix, compatibility between fiber and matrix, processing and environmental conditions [14]. The curauá fiber was stitched, filling the empty spaces of the sisal and jute fabrics, in one direction (unidirectional) in a proportion of 60/40 (jute or sisal fabrics and curauá fibers, respectively). This intralaminar hybridization presents a modified twill weave configuration for the laminate composites. A schematic drawing of the intralaminar configuration can be seen in Fig. 2a. The specimens were cut in the same direction of the hybridization (see Fig. 2b).

2.3 Fabrication of composites

Four types of epoxy composite laminates (sisal (S), sisal hybridized with curauá stitched (S + C), jute (J) and jute hybridized with curauá stitched (J + C)) were fabricated by the hand layup technique using a metallic mold with a dimension of 300 × 210 mm. Two layers of the sisal fabric and four layers of the jute fabric were used in accordance with the minimum thickness of the ASTM D5528 standards [25], and a nonadhesive PTFE layer with 80 μm thickness was used to simulate a starter crack in the middle of laminate composite. The cure was performed in a hydraulic press (Solab SL-11/20, Piracicaba, São Paulo, Brazil) at 80º for 6 h, and under a pressure of approx. 30 MPa. The total volumetric fraction used in the fabrication of the hybrid composites was 30% of fibers and 70% of resin. (AR260/AH260 resin was used at a weight proportion of 100 parts

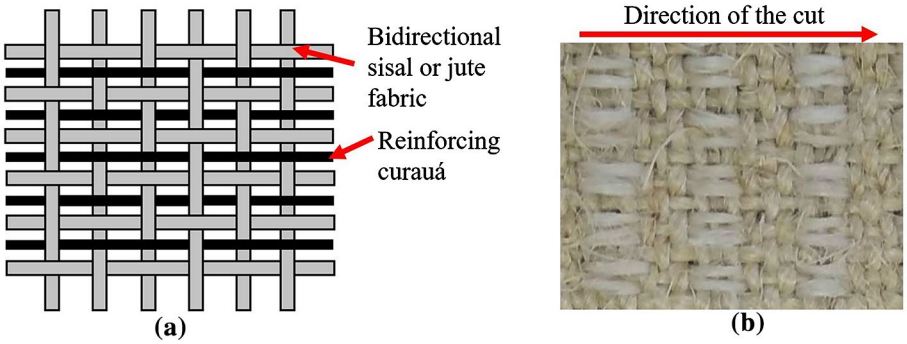


Fig. 2 **a** Schematic drawing of the intralaminar configuration in the hybrid fabric; **b** Example of bidirectional fabric with curauá intralaminar reinforcement and direction of the cut of the specimens

of resin for 26 parts of hardener.) Figure 3 shows the hand layup technique and instruments used in the fabrication of the composites.

2.4 Mode I fracture toughness testing

The DCB test was performed according to ASTM D5528 [25], using the AG-50kNG universal testing machine (Shimadzu, Tokyo, Japan) available at the Mechanical Testing Laboratory of the Centre for Mechanical Technology and Automation (TEMA) of the University of Aveiro, Portugal. The testing speed was 5 mm/min according to the standard, and a load cell of 500 N was used. The mode I fracture toughness (G_{Ic}) was evaluated using the DCB test. The crack initiation and growth were monitored using a video extensometer ME46-Messphysik. One side edge of the specimen was painted with typewriter correction fluid, and several marks were made to facilitate the monitoring of crack position. At least five specimens were tested for each composite type. The geometry of the specimens and the test setup are presented in Figs. 4 and 5.

The modified beam theory (MBT) method and three different data criteria (visual observation (VIS), the deviation from linearity (NL) and the 5% offset/maximum load (5%/Max) as can be seen in Fig. 6) [22, 25] were used to measure the mode I fracture toughness (G_{Ic}) and the crack length.

According to ASTM D5528 [25] for the MBT method, the mode I critical fracture toughness (G_{Ic}) is calculated using the following equation:

$$G_{Ic} = \frac{3P\delta}{2b(a+|\Delta|)}\frac{F}{N} \tag{1}$$

where P is the load, δ is the displacement, a is the crack length, Δ is a correction for crack tip rotation and it is determined experimentally from a linear regression analysis of $(\delta/P)^{1/3}$ versus a data (crack length). F and N are correction factors for large displacements and the stiffening induced by the aluminum (Al) alloy blocks glued to the specimen, respectively. They are given by the following equations:

$$F = 1 - \frac{3}{10}\left(\frac{\delta}{a}\right)^2 - \frac{3}{2}\left(\frac{\delta l_1}{a^2}\right) \tag{2}$$

$$N = 1 - \left(\frac{l_2}{a}\right)^3 - \frac{9}{8}\frac{\delta l_1}{a^2}\left[1 - \left(\frac{l_2}{a}\right)^2\right] - \frac{9}{35}\left(\frac{\delta}{a}\right)^2 \tag{3}$$

2.5 X-ray microcomputed tomography (μCT)

The delamination was observed using an SkyScan-1275 microcomputed tomography equipment (BRUKER, Zaventem, Belgium), available at the Nano Engineering Laboratory of the Centre for Mechanical Technology and

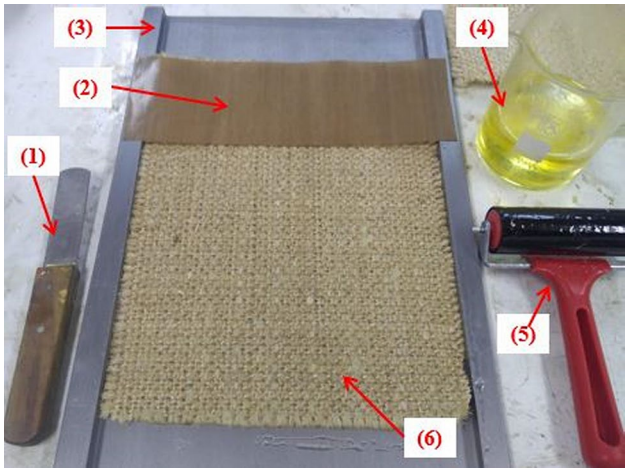


Fig. 3 Photograph of fabrication process of the composites: (1) spatula; (2) nonadhesive PTFE of 80 μm in the middle of laminate composite; (3) metallic mold; (4) epoxy resin; (5) laminator rubber roller; and (6) bidirectional sisal fabric

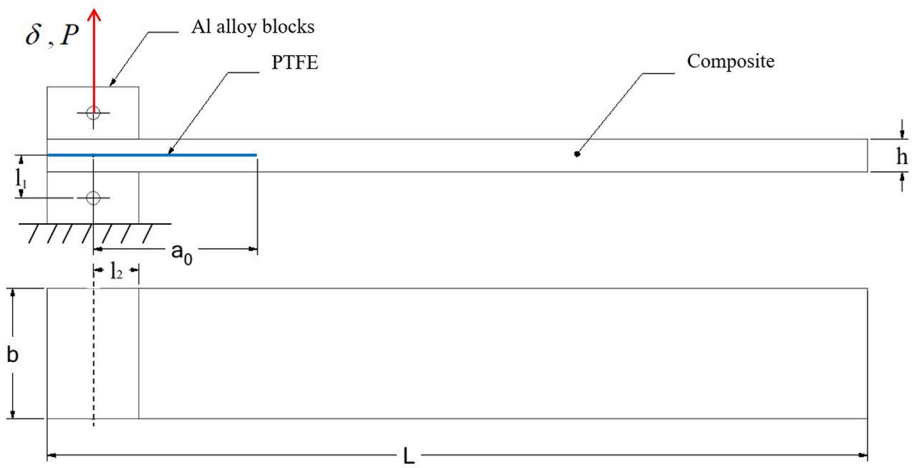


Fig. 4 Double cantilever beam (DCB) specimen geometry with end blocks, $L = 125$ mm, $b = 20$ mm, $h = 3$-5 mm and $a_0 = 25$ mm

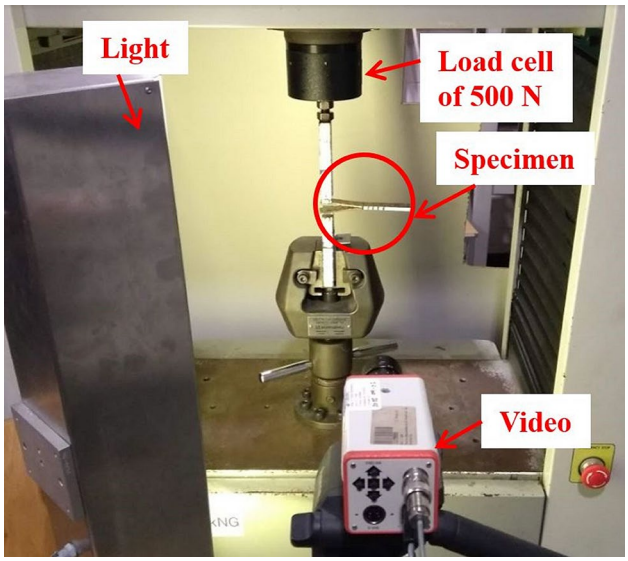


Fig. 5 DCB test setup

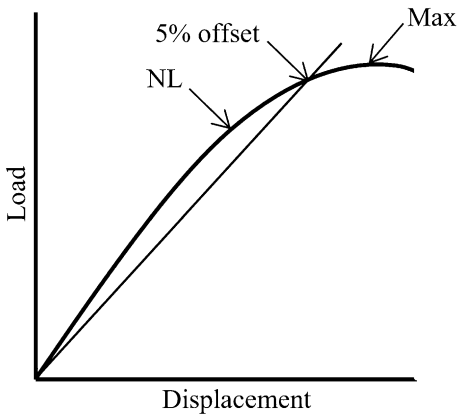


Fig. 6 Crack initiation criteria used

Automation (TEMA) of University of Aveiro, Portugal. An X-ray voltage of 63 kV and current of 158 µA were used.

3 Results and discussion

3.1 DCB tests

Figure 7 shows representative load versus displacement curves ($P-\delta$) for each type of composite obtained from the DCB test.

It can be seen that the intralaminar hybridization process increases the maximum load of the hybrid composites, J + C and S + C, compared to nonhybrid composites, J and S. The maximum loads for J, J + C, S and S + C were 12.9 N, 59.6 N, 33.7 N and 57.3 N, respectively.

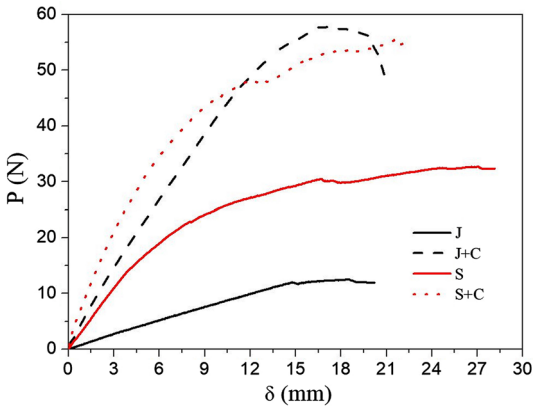


Fig. 7 Representative load–displacement curves for each type of composite studied

Lima et al. [13] found that the tensile strength of jute was 254.5 MPa, while for the sisal, it was 398.5 MPa, which may explain the lower load found for jute nonhybrid composites.

Figure 8 shows the crack stages for J, J + C, S and S + C, in this order: (1) elastic deformation, (2) initiation of the crack and (3) propagation of the crack. The crack initiation for J, J + C, S and S + C was visually observed at average loads of 5.7 N, 47.9 N, 16.9 N and 42.2 N, respectively. The load for crack initiation of J + C and S + C was higher than of J and S nonhybrid composites.

Figure 8a, g, j shows a first stage of elastic deformation, where the formation of cracks begins. The second stage is when the initial load and displacement are registered by visual observation (VIS) on a data sheet (see Fig. 8b, d, h). Finally, the third stage shows the propagation of the crack, and it is possible to observe that the crack deviates from the middle plane of the composites (see Fig. 8c, e, f, i, k, l). For the propagation of the crack, the average lengths measured were 1.38 mm for J, 6.28 mm for J + C, 5.20 mm for S and 5.56 mm for S + C, respectively. Hence, in the hybrid composites, the propagation of the crack was higher than in nonhybrid composites. This can be explained by the fact that the hybridization process improved the stiffness of the hybrid composites as shown in the previous study [14]. This improvement in stiffness is due to the different Young's modulus of each fiber (i.e., 22.33 ± 10.10 GPa for jute compared to 61.99 ± 25.30 GPa for sisal and 87.23 ± 15.40 GPa for curauá). The intralaminar hybridization method had the positive effect of improving the stiffness of the hybrid composites.

It should be noted that the crack propagation was unstable (Fig. 8), and for this reason, it was not possible to get the *R*-curves. Almansour et al. [28] also observed that in stitched hybrid composites, there was no large and stable cracks propagation. The average values of the G_{Ic} initiation

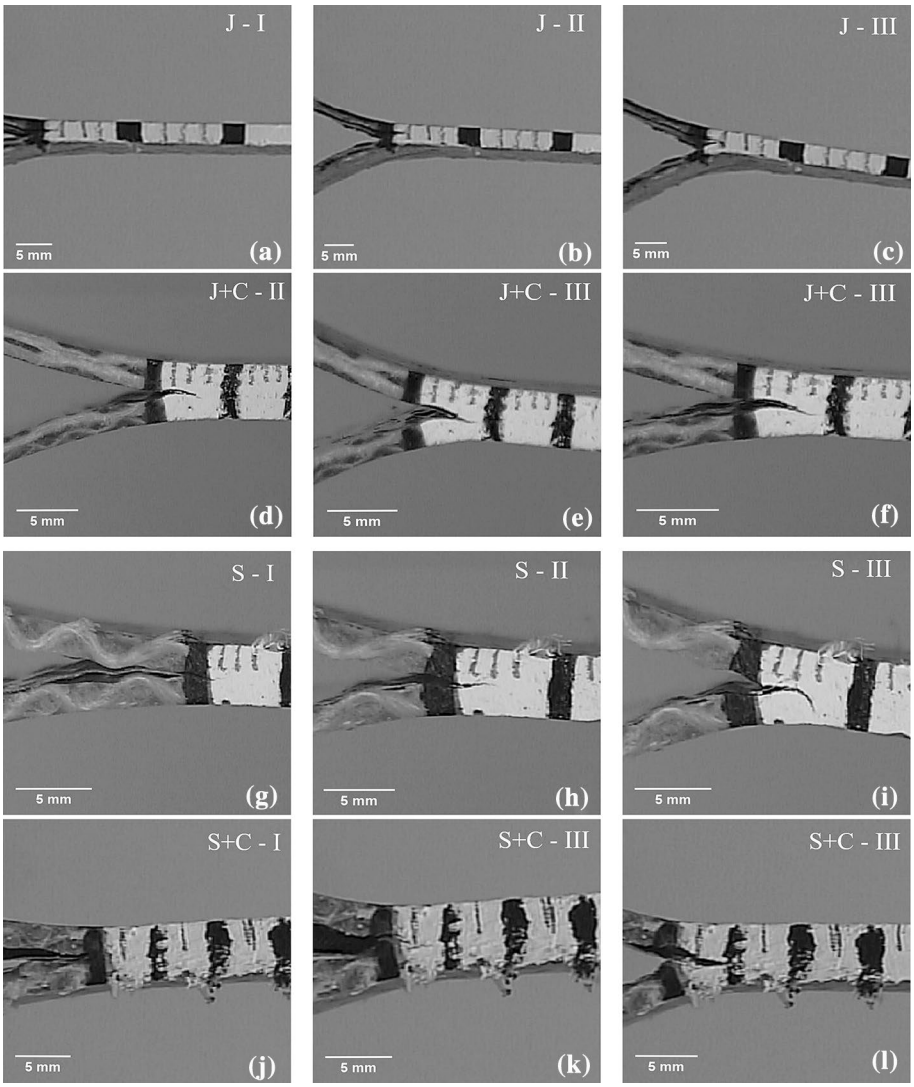


Fig. 8 Images obtained by the ME46-Messphysik video extensometer of the plane stages of the composites in DCB test. (Stage I) Elastic deformation, (Stage II) initiation of the crack and (Stage III) propagation of the crack

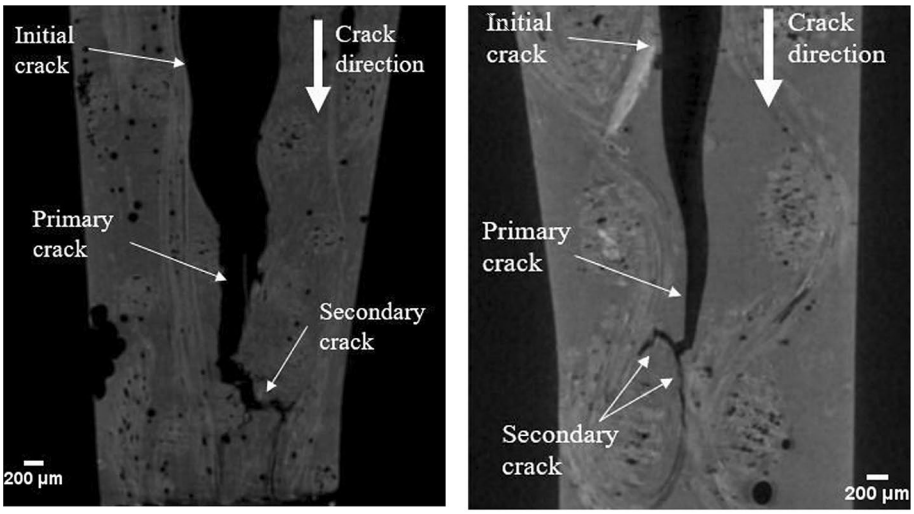
are shown in Table 2 using the MBT method and different data criteria (NL, 5%/Max and VIS).

It can be seen that the hybridization method increased the critical initiation mode I fracture toughness of the hybrid composites studied here when compared to the nonhybrid jute and sisal composites. For example, the G_{Ic} obtained by VIS criteria of J + C increased by approximately 273% and by 204% for S + C compared to J and S nonhybrid composites, respectively. The G_{Ic} obtained by NL criteria of J + C and S + C increased by approx. 267% and 199% compared to J and S nonhybrid composites, respectively. Finally, the G_{Ic} obtained by 5%/Max criteria for J + C increased by approx. 212% and 191% for S + C compared to J and S nonhybrid composites. The results are in agreement with results from the literature [27, 28, 30], where the hybridization of nonhybrid composites also provided an improvement in the G_{Ic}. It was shown in the literature that the type of fiber (natural or synthetic), polymer matrix, stacking sequence and number of layers have significant influences on the mechanical properties (e.g., tensile and flexural strength, impact energy and fracture toughness) of hybrid composites [15, 17, 24, 27, 28, 30].

Table 2 G_{Ic} initiation of the composites

Composite	G_{Ic} (J/m^2)		
	VIS	NL	5%/Max
J	6.93 ± 3.50	6.33 ± 3.30	11.2 ± 2.36
J + C	18.9 ± 4.39	16.9 ± 3.94	23.7 ± 3.98
S	12.6 ± 11.2	11.1 ± 9.46	16.2 ± 14.5
S + C	25.7 ± 2.42	22.1 ± 0.01	30.9 ± 0.14

The results of G_{Ic} obtained by the 5%/Max criterion were higher compared to the values obtained by VIS and NL criteria (see Table 2). These results are in accordance with ASTM D5528 [25], where the NL criterion is the most conservative, followed by the VIS and 5%/Max criterion.



(a) J+C **(b)** S+C

Fig. 9 X-ray images of the cross section of hybrid composite. **a** J + C, and **b** S + C

3.2 X-ray microtomography (µCT)

The failures in composites can include delamination, energy loss in terms of matrix cracking, pullout due to lack fiber–matrix adhesion and fiber breakage, etc. Figure 9 presents the delamination and the form of the front of cracks inside the hybrid composites obtained by an X-ray micro-computed tomography (µCT) with image pixel size (12 pixels equal to 1 µm).

It can be seen that the crack propagation (primary and secondary cracks) was not stable in the middle of the hybrid composites. Similar results were reported in the literature by Almansour et al. [28]. They found that in stitched hybrid composites there was no stable crack propagation. The presence of few voids inside the hybrid composites was also observed (see Fig. 9a, b). However, it can be seen that the cracks propagation did not follow the way to the voids. The X-ray images show no evidence of the pullout mechanism.

4 Conclusions

In this research, the effects of intralaminar hybridization on the mode I fracture toughness of epoxy composites based on jute and sisal fabrics were investigated. It was found that the value of G_{Ic} for hybrid composites (J + C and S + C) increased when compared with nonhybrid composites (J and S). When VIS criterion is used, the enhancement of G_{Ic} was by approx. 273% for S + J composite and by approx. 204% for S + C composite. For NL criteria, G_{Ic} increased by approx. 267% for J + C and by approx. 199% for S + C, while when 5%/Max criterion was used, an improvement by approx. 212% for S + J and by approx. 191% for S + C was found. The NL criterion was more conservative according to ASTM D5528. The intralaminar hybridization method had a positive effect in limiting the crack propagation.

The analyzed results of this study revealed that using curauá fiber as a reinforcing layer onto sisal and jute fabrics-reinforced composites can improve the intralaminar fracture toughness. This indicates that hybridization can be used as an effective method to enhance the mechanical properties of natural fiber composites.

Acknowledgements This project is partially supported by the National Council for Scientific and Technological Development (CNPq), processes 308478/2017-7 and 424499/2016-9 and FAPERJ, Project No. E_10/245.202/2019.

References

1. Dong C (2018) Review of natural fibre-reinforced hybrid composites. J Reinf Plast Compos 37:331–348
2. Lau K, Hung P, Zhu MH, Hui D (2018) Properties of natural fibre composites for structural engineering applications. Compos Part B Eng 136:222–233
3. Gurunathan T, Mohanty S, Nayak SK (2015) A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. Compos Part A Appl Sci Manuf 77:1–25
4. de Queiroz HFM, Banea MD, Cavalcanti DKK (2020) Experimental analysis of adhesively bonded joints in synthetic-and natural fibre-reinforced polymer composites. J Compos Mater 54:1245–1255
5. Ferreira BT, da Silva LJ, Panzera TH et al (2019) Sisal-glass hybrid composites reinforced with silica microparticles. Polym Test 74:57–62
6. Tomczak F, Satyanarayana KG, Sydenstricker THD (2007) Studies on lignocellulosic fibers of Brazil: part III – Morphology fibers and properties of Brazilian curaua. Compos Part A Appl Sci Manuf 38:2227–2236

7. Ramzy A, Beermann D, Steuernagel L et al (2014) Developing a new generation of sisal composite fibres for use in industrial applications. Compos Part B Eng 66:287–298
8. Sahu P, Gupta MK (2017) Sisal (Agave sisalana) fibre and its polymer-based composites: a review on current developments. J Reinf Plast Compos 36:1759–1780
9. Ashraf MA, Zwawi M, Taqi Mehran M et al (2019) Jute Based Bio and hybrid composites and their applications. Fibers 7:77
10. Zah R, Hischier R, Leão AL, Braun I (2007) Curauá fibers in the automobile industry—a sustainability assessment. J Clean Prod 15:1032–1040
11. Bernard SS, Jayakumari LS (2018) Pressure and temperature sensitivity analysis of palm fiber as a biobased reinforcement material in brake pad. J Braz Soc Mech Sci Eng 40:1–12
12. Ishak NM, Sivakumar D, Mansor MR (2018) The application of TRIZ on natural fibre metal laminate to reduce the weight of the car front hood. J Braz Soc Mech Sci Eng 40:1–12
13. Lima RAA, Cavalcanti DKK, Neto JSS et al (2020) Effect of surface treatments on interfacial properties of natural intralaminar hybrid composites. Polym Compos 41:314–325
14. Shesan OJ, Stephen AC, Chioma AG, et al (2019) Improving the mechanical properties of natural fiber composites for structural and biomedical applications. In: Renewable and sustainable composites. IntechOpen
15. Cavalcanti DKK, Banea MD, Neto JSS et al (2019) Mechanical characterization of intralaminar natural fibre-reinforced hybrid composites. Compos Part B Eng 175:107149
16. Braga RA, Magalhaes PAA (2015) Analysis of the mechanical and thermal properties of jute and glass fiber as reinforcement epoxy hybrid composites. Mater Sci Eng C 56:269–273
17. Pereira AL, Banea MD, Neto JSS, Cavalcanti DKK (2020) Mechanical and thermal characterization of natural intralaminar hybrid composites based on sisal. Polymers (Basel) 12:866
18. Balaji A, Sivaramakrishnan K, Karthikeyan B et al (2019) Study on mechanical and morphological properties of sisal/banana/coir fiber–reinforced hybrid polymer composites. J Braz Soc Mech Sci Eng 41:1–10
19. Papa I, Ricciardi MR, Antonucci V et al (2018) Impact behaviour of hybrid basalt/flax twill laminates. Compos Part B Eng 153:17–25
20. Zin MH, Abdan K, Norizan MN (2019) The effect of different fiber loading on flexural and thermal properties of banana/pineapple leaf (PALF)/glass hybrid composite. In: Structural health monitoring of biocomposites, fibre-reinforced composites and hybrid composites. Woodhead Publishing, pp 1–17
21. Budhe S, de Barros S, Banea MD (2019) Theoretical assessment of the elastic modulus of natural fiber-based intra-ply hybrid composites. J Braz Soc Mech Sci Eng 41:263
22. Hodgkinson JM (2000) Mechanical testing of advanced fibre composites. Elsevier, Amsterdam
23. Tay TE (2003) Characterization and analysis of delamination fracture in composites: an overview of developments from 1990 to 2001. Appl Mech Rev 56:1–31
24. Pereira AB, De Morais AB, De Moura MFSF, Magalhães AG (2005) Mode I interlaminar fracture of woven glass/epoxy multidirectional laminates. Compos Part A Appl Sci Manuf 36:1119–1127
25. ASTM D5528: Mode I fracture toughness of unidirectional fiber–reinforced polymer matrix composites. American Society for Testing and Materials
26. Reis JML, Machado JJM, Marques EAS, et al (2020) Displacement rate effect in the fracture toughness of glass fiber reinforced polyurethane. J Compos Mater 0021998320908300
27. Nasuha N, Azmi AI, Tan CL (2017) A review on mode-I interlaminar fracture toughness of fibre reinforced composites. J Phys Conf Ser 908:0–8
28. Almansour FA, Dhakal HN, Zhang ZY (2017) Effect of water absorption on Mode I interlaminar fracture toughness of flax/basalt reinforced vinyl ester hybrid composites. Compos Struct 168:813–825
29. Chen Q, Dai C, Fang C et al (2019) Mode I interlaminar fracture toughness behavior and mechanisms of bamboo. Mater Des 183:108132
30. Ravandi M, Teo WS, Tran LQN et al (2016) The effects of through-the-thickness stitching on the Mode I interlaminar fracture toughness of flax/epoxy composite laminates. Mater Des 109:659–669
31. Neto JSS, Lima RAA, Cavalcanti DKK et al (2019) Effect of chemical treatment on the thermal properties of hybrid natural fiber–reinforced composites. J Appl Polym Sci 136:47154

Publisher's Note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

ANEXO C – A. L. Pereira; D. K. K. Cavalcanti; J. S. S. Neto; R. A. A. Lima; M. D. Banea. Hybrid composites with natural vegetable fibers – IV Congresso Ibero-Americano de Empreendedorismo, Energia, Ambiente e Tecnologia, Angra dos Reis, RJ, Brazil. 2018.

Hybrid Composites with Natural Vegetable Fibers

Alexandre Luiz Pereira
PPEMM
CEFET/RJ Campus Angra dos Reis
Angra dos Reis, RJ, Brazil
alexandre.pereira@cefet-rj.br

Jorge de Souza e Silva Neto
PPEMM
CEFET/RJ Campus Maracanã
Rio de Janeiro, RJ, Brazil
jorgesouzanetto@gmail.com

Doina Mariana Banea
PPEMM
CEFET/RJ Campus Maracanã
Rio de Janeiro, RJ, Brazil
mdbanea@gmail.com

Daniel Kioshi Kawasaki Cavalcanti
PPEMM
CEFET/RJ Campus Maracanã
Rio de Janeiro, RJ, Brazil
danielkkc@gmail.com

Rosemere de Araujo Alves Lima
PPEMM
CEFET/RJ Campus Maracanã
Rio de Janeiro, RJ, Brazil
rosemere.raal@gmail.com

Abstract* — The main area described in this article is the composite materials, specifically the hybrid composites that use as reinforcement in their matrix the natural fibers. The importance of studying this theme is the search for new materials that can replace traditional engineering materials, combining low cost, low density, resistance to corrosion, low toxicity, and good mechanical resistance, among others. Automotive, aeronautical, marine, sports industries, among others, seek the technology of these materials, due to the advantages mentioned before. In the research of hybrid composites, there are still many gaps, for example, the use of materials found in nature aiming for substituting the petrochemical or synthetic origin fibers reinforcement (such as glass fiber, the most traditional fiber found commercially), which are aggressive to the environment; another gap is the fabrication of intralaminar reinforcement layers, once in literature most of the layers manufactured are interlaminar. Therefore, the main objective of this article is to review the study of hybrid composites with intralaminar reinforcement of vegetable fibers. The plant fibers that will be considered are Sisal, Ramie, Curaua, and Jute. To make a contribution, this work intends to show the importance of the hybrid composite studied, once natural fibers have a lower environmental impact, it is sustainable, and it has technical and economic feasibility in the search of innovative materials for engineering.

Keywords* — Natural Fibers, Natural Hybrid Composites, Intralaminar Layers, Sustainability.

I. INTRODUCTION

The main area of this work is the study of composite materials. The composites are combinations of two or more materials, which have different physical properties and with that combination result in final properties better than the isolated components. They are formed of a continuous phase (matrix: it can be polymer, metal, ceramic) and dispersed phase (load or reinforcement: particles, fibers, laminates) [1]. The importance of studying this theme is the search for new materials that can replace the traditional engineering materials, such as steel, concrete, and wood. Some advantages of composites over traditional engineering materials are the combination of low cost, being lighter, low density, corrosion resistance, and it can have the same mechanical strength, and so on [1]. Figure 1 shows a flow diagram of the classification of the composites by the reinforcement type.

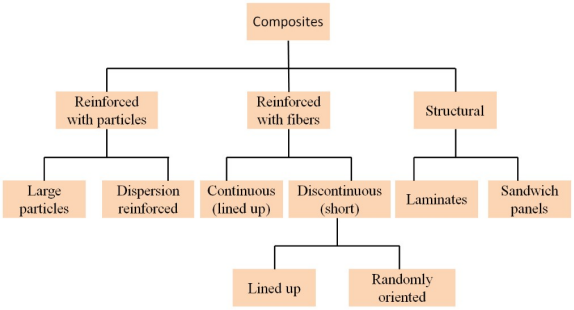


Figure 1 - Scheme of classification by type of reinforcement for the various types of composites (Adapted from [1]).

In this context, hybrid composites are emerging, which are composites with two or more types of natural fibers or combinations of different synthetic and natural fibers, in a single polymer matrix (thermoset, thermoplastic or elastomeric) or different matrices, in order to improve the mechanical properties of the final product [2]. The synthetic fibers may be metallic, ceramic or polymeric and the natural fibers may be animal, mineral or vegetable [2]. For this work, the natural vegetable fiber was chosen as a reinforcement for the hybrid composite fabrication. Figure 2 below shows a schematic of the major reinforcing fibers, their class and some examples of each.

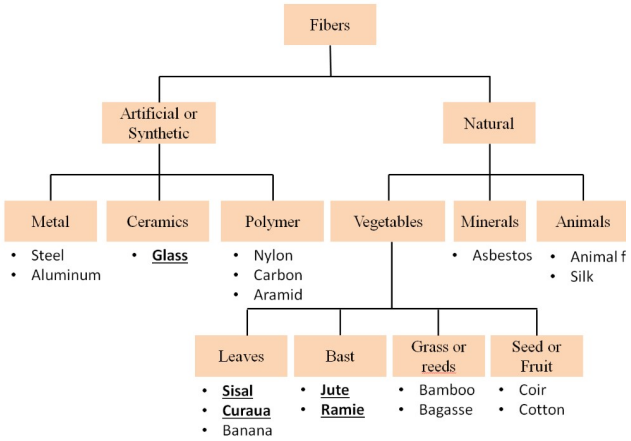


Figure 2 - Scheme of some types of reinforcing fibers for the hybrid composites (Adapted from [3]).

Among the hybrid composites with reinforcing fibers made of vegetable origin, there is a worldwide movement in the production of short fiber hybrid composites and those with the unidirectional fabric superposition of each type of

distinct fiber (continuous unidirectional layers, 0º and 90º, which provide longitudinal stiffness [1]).

This research intends to review the literature on hybrid composites reinforced with vegetable fibers in a single polymer matrix of epoxy resin. The plant fibers to be studied are in bold in Figure 2 (Sisal, ramie, curaua, and jute). The intention is to study plant fibers with similar mechanical properties and with low water absorption for the production of new hybrid composites.

The importance of choosing the vegetable fibers described before as reinforcement for the study of the composites of this work are: 1) There are a lot o plant fibers in many regions of Brazil (other examples are: coconuts fibers, flax, banana, and so on); 2) Plant fibers represents an alternative in the substitution of manufactured synthetic fibers; 3) It is ecologically sustainable (a synthetic fiber can take up to 150 years to decompose in the soil). There is a present concern about the environment and because of that there is a need to use natural fibers in engineering materials; 4) It is economically viable [2]. In addition to these examples, there is an industrial interest in materials that do not harm the environment and are low cost. Also, there is an increasing number of researches on the application of reinforcement fibers of natural origin to substitute for artificial fibers, for example, fiberglass [2], [4], [5], [6], [7].

The hybrid composites present an advantageous change in several industries, for instance, in the production of protective equipment for the sports industry (shin pads, helmets, etc., thus increasing the performance of athletes with the use of a lighter, mechanically resistant material); in the automotive industry (car dashboard); in industries that provide safety and comfort for the end user (ballistic vests), and others, in which they combine lightness with mechanical resistance. Therefore, those industries will reduce production costs through the use of hybrid composites [2], [4], [8], [9].

The use of natural fibers is limited due to their characteristics, for example, high moisture absorption, low thermal resistance and lower mechanical properties when compared to high-performance synthetic fibers. However, these disadvantages are less effective because they can be easily recycled, easily obtained, are low cost, have low density, high versatility and low toxicity, and also, it is possible to use several fibers to form a hybrid set, made of natural fibers as well as with as synthetic fibers, resulting in a final composite with superior properties to the composites with only one type of fiber [10], [11], [12].

It is important to highlight that many researchers are also using other techniques in the study of hybrid composites to complement the experimental data and theoretical analysis, such as Digital Image Correlation Method (DIC) which is a method that measures the deformation field of the test body and has no contact with the material) and Finite Element Method (FEM) that is a computational numerical method that discretizes a continuous problem to find an approximate solution [13], [14], [15].

To justify this work, the synthetic fibers present a high cost and high environmental impact, in their production as well as in their difficulty in recycling, besides, they have high toxicity. Consequently, vegetal fibers are an excellent alternative due to their low environmental impact, and low cost of production and mechanical properties [16], [17].

From the environmental and economical point of view, hybrid composites with vegetal fibers show a complete use of their fibers and are low cost compared to synthetic fibers. Their manufacturing is simple and inexpensive, which results in a final product of low cost and great competitive capacity, thus, being economically advantageous their implantation in local industries [16], [17].

Therefore, this article does not aim to study only the hybrid composites with reinforcements of vegetable fibers, but also aims to show that the use of these fibers has an impact on the environmental, economical, technological and energy context for the development of poor communities in Brazil [16], [17].

In spite of some researchers have been already working with plant fibers [18], [19], [20], some gaps still exist in the study of hybrid composites with vegetable fiber reinforcement, for instance, finding combinations of materials that in the end have an excellent energy efficiency; using materials found in nature in order to substitute materials of petrochemical origin (for example fiberglass, which is a more traditional and widely traded synthetic fiber), for them, once natural materials connect economic viability and environmental benefits, helping in the disposal of residues in the environment; studying and using several plant fibers, once there are a lot of types in nature; manufacturing intralaminar vegetable fibers layers, and so on.

The following part of this article is an introduction to the plant fibers studied: sisal, ramie, curaua, and jute, respectively.

II. VEGETABLES FIBERS

Sisal (*Agave sisalana*) is a plant originated in Central America, specifically Mexico. In Brazil, the main producers are in the state of Paraíba and Bahia. It has adapted well to Brazil, once it is resistant to aridity and intense sun of those northeast states. Fibers are removed from its leaves to make ropes, yarns, carpets, etc. Curiously, sisal is the hardest plant fiber that exists. In Figure 3, there is an image of sisal plant [21].



Figure 3 - A Representative image of the plant that removes the sisal fiber [21].

Ramie (*Boehmeria nivea*) originates in East Asia. It was brought to Brazil in 1939, in the state of São Paulo. Its fibers are removed from the stem and its production is used to manufacture fabrics, ropes, twine, also, it provides cellulose for paper money, it serves as reinforcement in the manufacturing of hoses, tires, parachute wires, etc. In Figure 4, there is a picture of ramie plant [22].



Figure 4 - A representative image of the plant that removes the ramie fiber [22].

Curaua fiber (*Ananas sativus*) comes from an Amazonian plant belongs to the same family as pineapple. It looks like sisal, once it has a high mechanical resistance. The fiber of curaua to be a promising substitute for fiberglass because the latter is difficult to dispose of and recycle [16], [17], [18], [19], [20], [23]. In Figure 5, there is an image of the plant curaua fiber is taken from.



Figure 5 - A representative image of the plant that removes the curaua fiber [23].

Jute (*Corchorus capsularis*) was brought from India to Brazil in 1930 by Japanese immigrants. Since then, it has become one of the main economic activities of the Amazon river communities. The useful fiber is removed from the plant's bark and stalk [24]. Figure 6 shows an image of the plant that provides the jute fiber.



Figure 6 - A representative image of the plant that removes the jute fiber [25].

Table 1 shows the mechanical parameters and the average prices of the vegetable fibers being used in this work as well as it presents the synthetic glass fiber (the most traditional synthetic fiber found in the market) for comparison.

Table 1 - Mechanical parameters and approximate price of natural vegetable fibers for this work and synthetic glass fiber [3], [26].

Vegetables fiber	$\rho(g/cm^3)$	$\sigma(MPa)$	$E(GPa)$	$preço(kg^{-1})$
Sisal	1,50	511 - 635	9,4 - 22	~$0,6
Ramie	1,50	560	24,5	~$2,0
Curaua	1,40	500 - 1150	11,8	~$0,4 - 0,5
Jute	1,30	393-773	26,5	~$0,9
Synthetic fiber	$\rho(g/cm^3)$	$\sigma(MPa)$	$E(GPa)$	$preço(kg^{-1})$
E-glass	2,5	2000 - 3500	70 - 73	~$2

Thus, this work intended to bring an introduction to the composites' aspects, specifically in hybrid composites reinforced with vegetable fibers.

III. Conclusion

This paper presented an introduction of composites, specifically to hybrid composites. The importance of studying plant fibers is that they are sustainable, have economical and technical feasibility and are widely available in Brazil. Sisal, ramie, curaua and jute vegetable fibers were chosen for the analysis of this work in order to reinforce the hybrid composites.

The work will be continued to find out improvements of the physical properties of the hybrid composite reinforced with vegetal fibers in comparison with a hybrid composite with reinforcement of glass fiber (a more traditional fiber found in the market). Thus, the future results intend to show applications and suggest the use of the hybrid composite material as a substitution of the traditional engineering materials, once the former has a lower environmental impact and economic viability in the search for innovative materials.

With this initial work, it was aimed at improving and advancing in the study of those materials, showing the importance of this study, within the environmental and sustainable context as an innovative engineering material.

Acknowledgments

Alexandre L. Pereira thanks the Federal Center for Technological Education Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ) for the support received and the Post-Graduation Program in Mechanical Engineering and Materials Technology (PPEMM) of CEFET / RJ for the opportunity to realize this work.

References

[1] CALLISTER, W. D. Materials Science and Engineering: An Introduction. John Wiley & Sons, 2000.

[2] SPINACÉ, M. A. S. Compósitos poliméricos com fibras vegetais: Produção dos compósitos, tipos, propriedades, aplicações, desafios, limitações e perspectivas. II Simpósio da Faculdade SENAI: Compósitos poliméricos e a dimensão ambiental. São Bernardo do Campo, SP, 2015.

[3] NAYAK, S. K.; MOHANTY, S.; GURUNATHAN, T. A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives. Composites: Part A, 77, 1-25, 2015.

[4] CALEGARI, E.; FREITAS, B. Compósitos a partir de materiais de fontes renováveis como alternativa para o desenvolvimento de produtos. Sustentabilidade em Debate – Brasília, v. 7, n. 1, p. 140-155, 2016.

[5] CARVALHO, L. H.; CAVALCANTI, W. S. Propriedades Mecânicas de Tração de Compósitos Poliéster/Tecidos Híbridos Sisal/Vidro. Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 16, nº 1, p. 33-37, 2006.

[6] WAMBUA, P.; IVENS, J.; VERPOEST, I. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? Composites Science and Technology, 63, 1529-1264, 2003.

[7] GUNDUZ, G.; EROL, D.; AKKAS, N. Mechanical Properties of Unsaturated Polyester-Isocyanate Hybrid Polymer Network and Its E-Glass Fiber-reinforced Composite. Journal of Composite Materials, vol. 39, nº17, 1577 – 1589, 2005.

[8] SANJAY, M. P. et al. Potential of natural/synthetic hybrid composites for aerospace applications. Sustainable Composites for Aerospace Applications, p. 315-351, 2018.

[9] TJONG, J. et al. Natural fibers and hybrid fiber thermoplastic composites: Advancements in light weighting applications. Green Composites, p. 39-72, 2017.

[10] MOHANTY, A. K. et al. Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites: An Introduction. Taylor & Francis, 2005.

[11] TONG, L.; MOURITZ, A. P.; BANNISTER, M. K. 3D Fibre Reinforced Polymer Composites. Elsevier, 2002.

[12] BUNSELL, A. R. Handbook of tensile properties of textile and technical fibres. Woodhead Publishing Limited, 2009.

[13] SILVA, F. de A. et al. High speed tensile behavior of sisal fiber cement composites. Materials Science and Engineering A, 527, 544-552, 2010.

[14] JAUHARI, N.; MISHRA, R.; THAKUR, H. Natural fibre reinforced composite laminates – A review. Materials today: Proceedings, 2, 2868 – 2877, 2015.

[15] IMAM, S.; JOSEPH, A. Analysis of Hybrid Natural Fiber Composite Material by using Finite Element Analysis. IJARIIE, vol. 4, 2, 2018.

[16] FERREIRA, G. C. et al. Produtos e serviços ambientais do cultivo do curauá (Ananas comosus var. erectifolius (L. B. Sm.) Coppens & F. Leal, Bromeliaceae) em plantio florestal. Embrapa Amazônia Oriental. Separatas, 2011.

[17] CORDEIRO, I. M. C. C. et al. Cultivo e produção agroambiental sustentável de curauá no Nordeste Paraense-PA. Embrapa Amazônia Oriental. Separatas, 2011.

[18] ALEXANDRE, M. E. de O. et al. Materiais compósitos poliméricos reforçados com a fibra da folha do abacaxizeiro. V CONNEPI – Congresso Norte-Nordeste de Pesquisa e Inovação, Maceió/Alagoas, 2010.

[19] MONTEIRO, S. N. et al. Comportamento mecânico e características estruturais de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas e alinhadas de curauá. Revista Matéria, v. 11, nº 3, p. 197-203, 2006.

[20] TAKAHASHI, R. et al. Fabricação de mantas de fibras de sisal e de curauá para fabricação de material compósito. XXXIX Congresso Brasileiro de Educação em Engenharia (COBENGE 2011), Blumenau, SC, 2011.

[21] Imagem representativa da planta que retira a fibra de sisal. https://pt.wikipedia.org/wiki/Sisal. Acesso em 30/07/2018.

[22] Imagem representativa da planta que retira a fibra de rami. https://pt.wikipedia.org/wiki/Rami. Acesso em 30/07/2018.

[23] Imagem representativa da planta que retira a fibra de curauá. http://revistapesquisa.fapesp.br/2004/10/01/fibra-para-toda-obra/. Acesso em 30/07/2018.

[24] https://www.ecodebate.com.br/2014/02/10/produtores-ribeirinhos-pedem-socorro-o-caso-da-juta-no-para-artigo-de-joao-de-deus-barbosa-nascimento-junior/. Acesso em 18/08/2018.

[25] Imagem representativa da planta que retira a fibra de juta. http://www.castanhal.com.br/a-juta.html. Acesso em 18/08/2018.

[26] FARUK, O. et al. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000 - 2010. Progress in Polymer Science, 37, 1552-1596, 2012.

ANEXO D – A. L. Pereira; A. B. Lemos; R. O. Santos; M. D. Banea. Mechanical characterization of vegetal composites using DIC – 10th Brazilian Congress on Manufacturing Engineering, São Carlos, SP, Brazil. 2019.

10th Brazilian Congress on Manufacturing Engineering
August 05th-07th, 2019, São Carlos, SP, Brazil

MECHANICAL CHARACTERIZATION OF VEGETAL COMPOSITES USING DIC

Alexandre Luiz Pereira[1,2]
Alisson Barbosa Lemos[1]
Rafael Oliveira Santos[1]
[1]Federal Center for Technological Education Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ) – Campus Angra dos Reis, RJ, Brazil
[2]Post-Graduation Program in Mechanical Engineering and Materials Technology (PPEMM) of CEFET / RJ - Campus Maracanã, RJ, Brazil
alexandre.pereira@cefet-rj.br
alissonparaty99@gmail.com
rafael.oliveira@cefet-rj.br

Mariana Doina Banea[2,3]
[3]Federal Center for Technological Education Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ) – Campus Maracanã, RJ, Brazil
mdbanea@gmail.com

Abstract. *The major area described in this paper is that of composite materials, specifically hybrid composites that use as matrix reinforcement one or more vegetable fibre types (Sisal, Ramie or Curaua). It is important for engineering to make use of materials that have a low environmental impact and are sustainable. Therefore, composites reinforced with two or more types of natural fibres have been on the focus of some research, in order to improve their resistance so that one day they can substitute products made with glassfibre composites in secondary applications. This paper shows a process of characterization of mechanical properties through the Digital Image Correlation (DIC) method in hybrid composites, which measures the displacements of the specimen without being in contact with it, such as the extensometers. The main objective is to compare force and displacement curves from universal test machine with the DIC method. The methodology applied was the use of GOM Correlate software, which for 2D applications, offers a free version as well as the free app GonnyCam to make the images of the specimen. These softwares have been used for measuring the displacements of hybrid composites in tensile tests. The great difference between these methodologies is related to the influence of the test machine in the yield properties of the material.*

Keywords: *Correlation of Digital Images, Hybrid Vegetable Fibre Composites, Sustainable Materials.*

1. INTRODUCTION

This study is relevant regarding materials that have a low environmental impact and are sustainable so that they can be used in engineering applications.

Thus, the use of vegetable fibres has been highlighted as reinforcement in composite matrices in order to replace the synthetic fibres, for example, glassfibre.

The plant fibres considered in this paper were Sisal, Ramie and Curaua. The use of natural fibres in composites have been studied recently, so further analysis will be necessary, such as: chemical treatments to improve fibre anchoring in the composite matrix; which fibre is the best, depending on the area and/or season, once the same fibre may have different resistances. For instance, the sisal fibre which ranges from 9.0 to 38.0 GPa for its linear elastic modulus and from 2.0 to 14.0% for its specific deformation (K. Senthilkumar et al., 2018).

For measuring the displacements in brittle materials, the use of extensometers is often difficult because these materials break without prior notice. Therefore, displacement is often measured by the test machine itself. However, considering the elasticity of the specimen, the elasticity of the grip and of the machine's bars, a non exact final Linear Elasticity for the material tested is observed (George E. Dieter., 1988).

Thus, the objective of this work is to present a simple experimental apparatus using DIC to measure in 2D the displacements of specimen in the tensile tests, as well as to compare measurements of displacements made by the traction machine (without the extensometer) and by the DIC method, showing the difference between those methods.

The DIC method compares two speckle patterns obtained before and after displacements of the specimen through photographs sequences (Ghousal and Moura, 2007). Speckle patterns are small random dots drawn on the specimen, black dots in a white background or white dots in a white background. This mesh of small dots is traced as the specimen deforms. The application methods for the speckle pattern are spray, pen or printed. New techniques for the DIC method

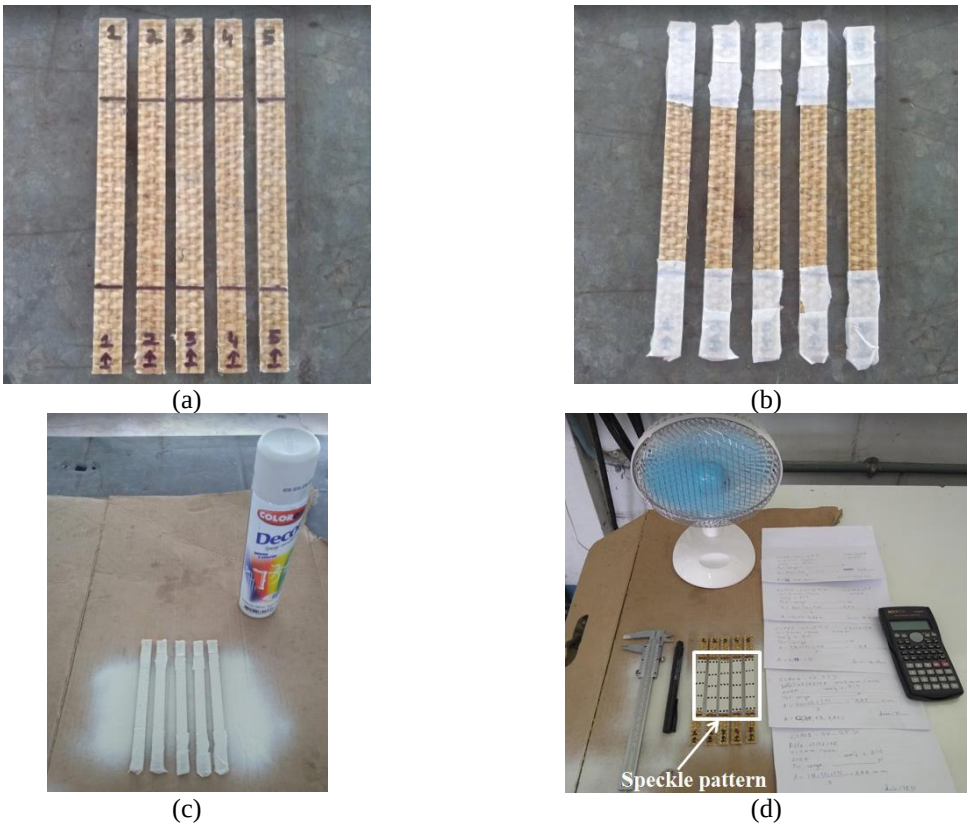
have been researched for simplification of the process, Gualtieri (2012) in his work presented some simple techniques of how to make the speckle pattern to improve and optimize the capture of the images. Many researchers use the DIC method for brittle materials, for example, Silva et al (2010) applied this method to study the mechanical behavior of sisal fibre cement composites.

2. METHODOLOGY

The methodology used to characterize the mechanical properties was the tensile test using the displacements measurement in the test machine itself, and also the measurement by the DIC method. Five specimens were fabricated for each type of hybrid composite, such as: Sisal, Sisal+Sisal, Sisal+Sisal with alkaline treatment (increased cohesion strength between the fibre and matrix), Sisal+Ramie, Sisal+Curaua and Sisal+Glassfibre. The Sisal+Glassfibre composite was used in order to compare the behavior of (synthetic) glassfibre with other vegetable fibres, once glassfibre is one of the most commercially used.

Sisal fibre was supplied by SisalSul (São Paulo, Brazil) in cross-ply (0º/90º oriented sisal fibres) and the epoxy matrix was supplied by Barracuda Advanced Composites (Rio de Janeiro, Brazil). The other vegetable fibres were woven in the intralaminarly in the 0º orientation in a modified twill weave pattern in order to resist the traction stress. The standard used for the test and for preparation of the specimen was ASTM D 638 (2002).

The software used was the GOM Correlate, which for 2D displacements measurements, Vtech-Consulting offers its free version, and also the free app GonnyCam was used to take digital images. The preparation for the speckle pattern is shown in Figure 1 and the application method was White paint spray for the background while the black dots were made with a pen.



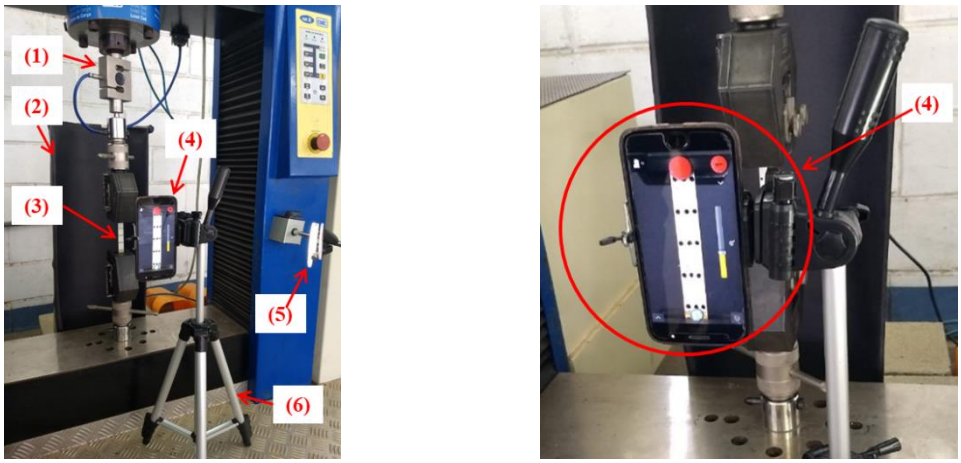
(a) (b) (c) (d)

Figure 1. (a) Identification of each specimen with test direction. (b) Isolation tape. (c) White spray paint was used for the preparation of the Speckle pattern background. (d) Fan to dry white paint, speckle pattern made on each specimen, average width and thickness measurement, identification on envelopes for tracking the type of fracture, test date, test speed, etc.

In Figure 1-a, each specimen and test direction were identified; In figure 1-b, the parts which would not be painted were isolated with tape; In Figure 1-c, the specimen with the speckle pattern can be seen, the fan used to dry the white paint, notes on the identification of each specimen, describing the pattern, the technique measured by the transducer of the test machine and DIC, the photo numbers, the type of material used (reinforcement and matrix), test date, test speed

(5 mm/min according to the standard used), the load cell used (20 kN), the pre-load, and the average thickness, width and starting area measurements.

The next image, Figure 2 presents the experimental apparatus used in the tensile test of hybrid vegetable fibres composites. The machine was an EMIC DL30000.



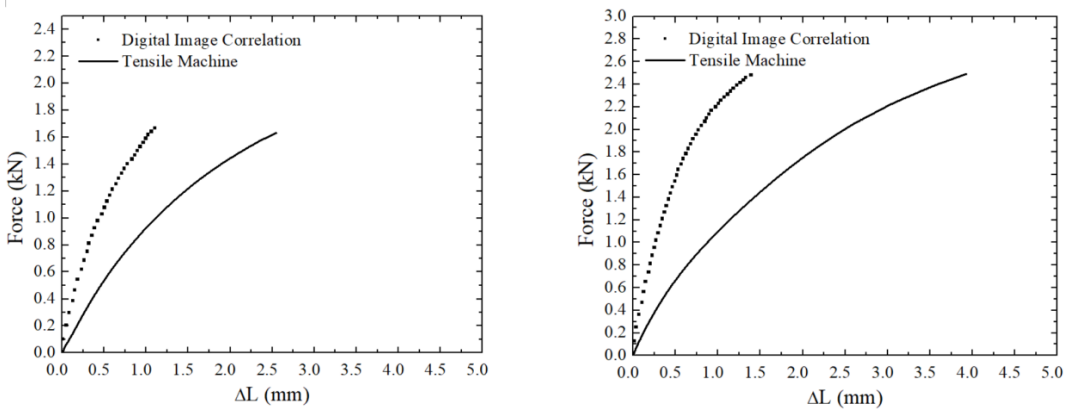
(a) (b)

Figure 2. (a) Experimental apparatus for measuring the displacements of the specimen in the tensile test. (b) Detail of the specimen's image on the camera.

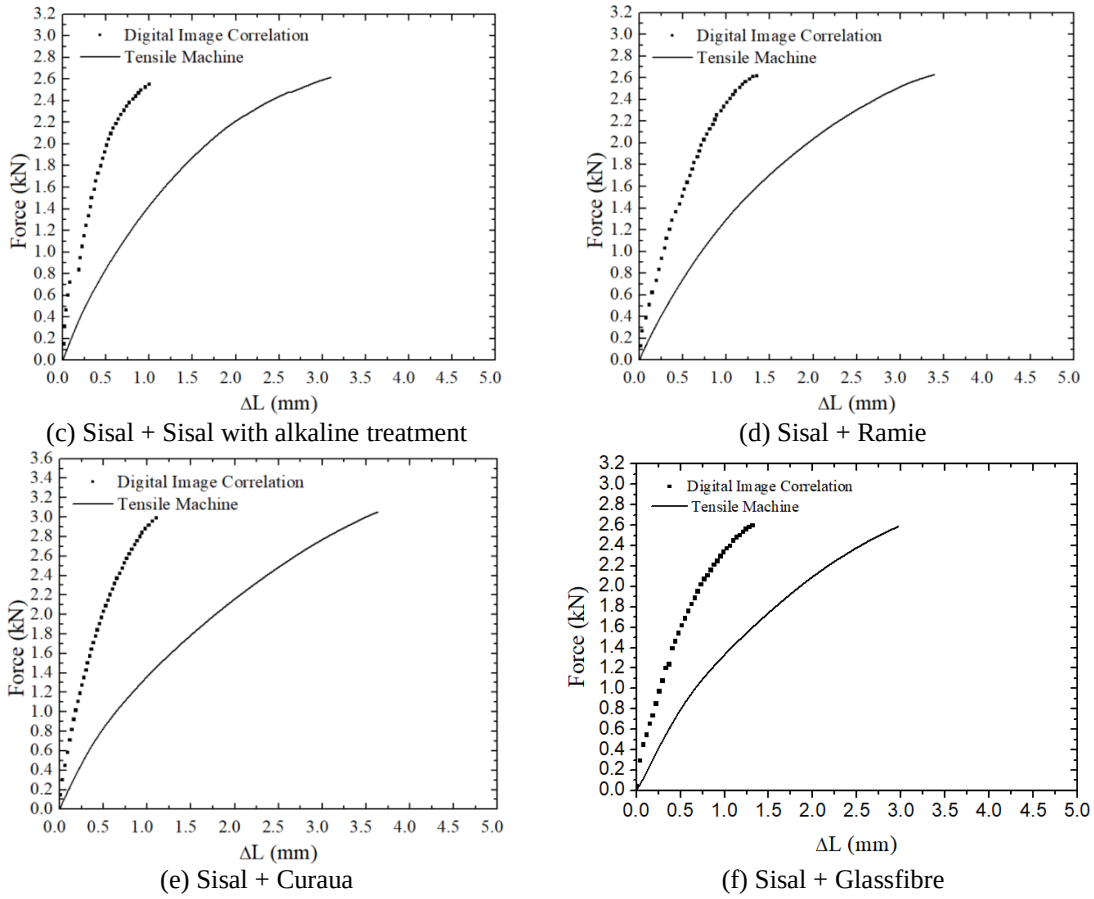
Figure 2-a shows the experimental apparatus in which (1) is the load cell used (20 kN), (2) there is a black cardboard to make a contrast in the background of the images, (3) the specimen tested, (4) the 13 MegaPixel digital camera used and the GonnyCam app which took 2 photos/second, (5) lighting and (6) pedestal. Figure 2-b shows the digital camera and the detail of the image recorded on the GonnyCam app. The camera's app recorded two photos per second of the specimen's displacement. The tensile machine recorded the test time, the applied force and the machine's displacements, that is, the specimen's displacements, the test claw and the test machine bars. It is important to mention that a Matlab's program was used to adjust the time recorded on the app to the time registered in the tensile machine.

3. RESULTS

Force versus Displacements graphs measured in both methods, can be seen in Figure 3.



(a) Sisal (b) Sisal + Sisal



(c) Sisal + Sisal with alkaline treatment

(d) Sisal + Ramie

(e) Sisal + Curaua

(f) Sisal + Glassfibre

Figure 3. (a) Sisal; (b) Sisal + Sisal; (c) Sisal + Sisal with alkaline treatment; (d) Sisal + Ramie; (e) Sisal + Curaua and (f) Sisal + Glassfibre.

In all of the curves seen in Figure 3 it is possible to notice that there is a difference when force versus displacements is registered by the DIC (non-contact) method and by the results of the test machine with only the displacement data. As the slopes of the curves are different, it implies that the Elasticity Modules will also be different in each method of measurement. The reason for this difference of elasticity in the methodologies applied is due to the fact that when a specimen is tested in a traction machine without the extensometer or DIC method, the load is transmitted to the specimen but also to the machine, therefore, the specimen deforms firs in the elastic regimen and then the plastic while the machine deforms in the elastic regimen. As an analogy with springs, the traction machine and the claws can be considered springs, while the specimen, being another spring, they are connected in series. As the DIC method is a technique to measure dislocation without contact, it measures only the deformation of the specimen, finding the elasticity of the tested material (DIETER, 1988).

Comparing the Figures 3-a and 3-b, it is possible to see that when another fibre is added in the mesh of sisal, its mechanical resistance increases. For Figure 3-c (Sisal with alkaline treatment) there was no significant increase in mechanical resistance for tensile strength (comparison between Figures 3-b and 3-c). J.S.S. Neto et al. (2019) and R.A.A. Lima et al. (2019) have shown in their work about the effects of chemical treatment on the mechanical properties of hybrid composites of vegetable fibres, that certain treatments improve the mechanical characteristics of some natural fibres. The addition of ramie fibre also did not have a significant increase in mechanical resistance (Figure 3-d). Comparing the best mechanical behavior for the tensile test in the hybrid composites, the fibre combination that most approached Sisal+Glassfibre was Sisal+Curaua, that is, the most significant reinforcement was the Curaua fibre (Figure 3-e).

Table 1 shows the values for the Young's Modulus and standard deviation for both methods and the percent difference.

Table 1. Young's Modulus (GPa).

Hybrid composites	DIC	Machine	Percent difference (%)
Sisal	4.20 ± 0.61	1.11 ± 0.04	26.4
Sisal+Sisal	5.11 ± 0.53	1.38 ± 0.05	27.0
Sisal+Sisal Alcalinizado	6.30 ± 0.76	1.58 ± 0.10	25.1
Sisal+Ramie	4.79 ± 0.60	1.29 ± 0.04	26.9
Sisal+Curaua	5.55 ± 1.01	1.55 ± 0.04	27.9
Sisal+Glassfibre	6.30 ± 1.41	1.54 ± 0.12	24.4

4. CONCLUSION

This paper presented a simple and economical experimental apparatus for 2D applications for non-contact displacement measurements in mechanical tensile tests. The Force versus Displacement curves obtained by the DIC method proved to be more accurate regarding the behavior of the material (Hybrid Vegetable Fibre Composites), since the slope of the elastic part of the curves are different in each method (DIC and test machine), the Elasticity Modules are also different. As the materials tested are brittle, the non-contact DIC method proved to be more efficient for the displacement measurement. The best result regarding the combination of vegetable fibres for the reinforcement of hybrid composites was Sisal+Curaua. As contribution to the major area of mechanical testing, this work shows that it is important to be careful of the mechanical characterization analyses, in other words, in a traction test the use of an extensometer or a DIC method for example for the displacement measurement. Another contribution of this work for the materials area is to show and suggest that vegetable fibres are a good alternative in the substitution of glassfibre in secondary structures for engineering projects.

5. ACKNOWLEDGEMENTS

Alexandre L. Pereira thanks the Federal Center for Technological Education Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ) for the support and the Post-Graduation Program in Mechanical Engineering and Materials Technology (PPEMM) of CEFET / RJ for the opportunity to produce this paper.

6. REFERENCES

ASTM D638. 2002. "Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics".

Fornari Junior, C. C. M. 2017. "Fibras vegetais para compósitos poliméricos". Editus – Editora da UESC. Bahia, Brazil.

George E. Dieter., 1988. *Mechanical Metallurgy*. McGraw-Hill Book Company.

Ghousal, J. A. G.; Moura, M. F. S. F. 2007. "Validação da medição de deformações por Correlação Digital de Imagem em compósitos laminados de matriz polimérica". *Revista Iberoamericana de Ingeniería Mecánica*. Vol. 11, n. 2, pp. 23-24.

Gualtieri, Simone. 2012. "Novel technique for DIC speckle pattern optimization and generation". Tese. Politécnico de Milano.

R.A.A. Lima, D.K.K. Cavalcanti, J.S.S. Neto, M.D. Banea, 2019. "Effect of surface treatments on interfacial properties of natural intralaminar hybrid composites". *Polymer Composites*.

K. Senthilkumar et al., 2018. "Mechanical properties evaluation of sisal fibre fibre reinforced polymer composites: A review". *Construction and Building Materials*, 174, 713-729.

Levy Neto, F. and Pardini, L. C. 2016. *Compósitos estruturais: ciência e tecnologia*. 2ª ed., São Paulo: Blucher, 2016.

Marinucci, Gerson. 2011. *Materiais Compósitos Poliméricos.* Artliber Editora Ltda, São Paulo.

Vtech-Consulting.https://www.gom.com/3d-software/gom-correlate.html#downloadForm. Access: 04/12/2018.

J.S.S. Neto, R.A.A. Lima, D.K.K. Cavalcanti, J.P.B. Souza, R.A.A. Aguiar, **M.D. Banea**, 2019. "Effect of Chemical Treatment on the Thermal Properties of Hybrid Natural Fibre Reinforced Composites", *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 136, Issue10, March 10, 2019, 4715.

Silva, F. A. et al. 2010. "High speed tensile behavior of sisal fibre cement composites". *Materials Science and Engineering A*. 527, 544 – 552.

7. RESPONSIBILITY NOTICE

The author(s) is (are) the only responsible for the printed material included in this paper.

ANEXO E – A. L. Pereira; R. O. Santos; M. D. Banea; A. B. Pereira. Mode I fracture of hybrid NFRC. TEchMA 2020 – 3rd International Conference on Technologies for the Wellbeing and Sustainable Manufacturing Solutions, Aveiro, Portugal.

Mode I fracture of hybrid NFRC

A. L. Pereira [(a, b)], R. O. Santos [(a, b)], M. D.Banea [(a)], A. B. Pereira [(b)]

(a) Mechanical department; Federal Centre of Technological Education in Rio de Janeiro (CEFET/RJ);
(b) Mechanical department; Centre for Mechanical Technology and Automation (TEMA).

(a) Rio de Janeiro, Brazil; (b) Aveiro, Portugal.

alex.pereira@ua.pt; rafaeloliveirasantos@ua.pt; mdbanea@gmail.com; abastos@ua.pt

***Abstract* — This paper describes hybrid natural fiber-reinforced composites (NFRC) that use different reinforcement fibers in their matrix. Hybridization is a technique used to improve the performance of the composites. Combining different fibers can meet the necessities of the application and results in a sustainable product** [1]**. The reason for studying this theme is the search for new materials that can replace traditional engineering materials, combining the lowest price, lightness, noncorrosive, and good mechanical strength, etc. Aeronautical, automotive, sports industries, etc., search for these materials, due to the advantages mentioned. Some applications are shin guards, helmets, door panels, dashboards, headliners, and seat backs, etc.**

The fibers used were Jute, Sisal and Curauá. They were chosen because they are available in large quantities in Brazil. In the research of NFRC's, there are many gaps, for example, mechanical and thermal characterization, and sensitivity to delamination. To obtain properties near the synthetic fiber-reinforced composites (e.g., glass fiber), which are aggressive to the environment, hybrid composites reinforced with vegetable fibers is an alternative in the replacement of synthetic fibers.

Thus, this work investigated the effects of hybridization on the fracture toughness and delamination of Sisal (S), Sisal+Curauá (S+C), Jute (J) and Jute+Curauá (J+C) epoxy composites. DCB tests were performed in Mode I loading according to ASTM D5528 standards [2]**. The average values of the initial critical energy release rate from Mode I were calculated using three different data criteria, the deviation from linearity (NL), the 5% offset/maximum load (5%/Max) and visual observation (VIS)** [2] [3]**. It was shown by the experimental results that the hybridization process improved the values of the critical energy release rate from Mode I of the hybrid composites J+C and S+C when compared to the pure composite J and S to all different data criteria. To contribute, this work intended to show the importance of the hybrid composite studied, once natural fibers have a lower environmental impact, are sustainable, and present technical and economic feasibility in the search for innovative materials for engineering.**

Keywords— Hybrid natural fiber reinforced composites; Delamination;DCB Mode I.

ACKNOWLEGEMENTS

The authors thank the Centre for Technology and Mechanical Automation (TEMA/Aveiro/Portugal) and Federal Centre for Technological Education (CEFET-RJ/Rio de Janeiro/Brazil), for the partnership in this research.

TOPIC

1) a.: Sustainable Manufacturing Solutions – Manufacturing Processes & Simulation.

REFERENCES

[1] C. Dong, "Review of natural fibre-reinforced hybrid composites," J. Reinf. Plast. Compos., vol. 37, no. 5, pp. 331–348, Mar. 2018.

[2] "ASTM D5528: 2001. Mode I Fracture Toughness of Unidirectional Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composites."

[3] A. B. Pereira, A. B. De Morais, M. F. S. F. De Moura, and A. G. Magalhães, "Mode I interlaminar fracture of woven glass/epoxy multidirectional laminates," Compos. Part A Appl. Sci. Manuf., vol. 36, no. 8, pp. 1119–1127, 2005.